Ver.1.20

マイクロ UV 照射装置

MODEL UV-1047Xe

取扱説明書

フロンティア・ラボ 株式会社

FRONTIER LAB

www.frontier-lab.com

ご使用の前に

1. フロンティア・ラボ製マイクロ UV 照射装置をお買い上げ頂きまして、誠にありがとうございます。本装置の性能を十分に発揮させるために、ご使用前に本取扱説明書をお読みください。
2. この取扱説明書は、マイクロ UV 照射装置における一般的な事項、装置の操作、メインテナンス、故障診断、その他関連項目を記載しております。実際のご使用には、関連する弊社製品、ならびに各社の GC や GC/MS の取扱説明書も併せてご参照ください。

製品保証規定

フロンティア・ラボは、弊社製品の故障・不具合について、別紙の製品保証規定に従い保証します。製品保証規定は、弊社ホームページからもご覧いただけます。

製品のサポート期限

弊社製品の消耗部品、保守部品の供給ならびに点検・修理などのサポート期限は、原則として、製品の販売終了後 7 年間となっております。但し、部品の製造メーカーから購入している電子部品等については、これらのメーカーの製造中止後の対応ならびに弊社で確保した在庫の変動などにより製品の販売終了後 7 年以内であっても保守部品の供給ができなくなる場合があります。

安全な取り扱いについて

本製品を正しく安全に取り扱うため、本製品の操作にあたっては本書の安全注意事項を必ずお守りください。本書で指定していない方法で使用した場合は、本製品の保護機能が損なわれることがあります。なお、これらの注意に反した使用により生じた障害については、フロンティア･ラボ株式会社は一切の責任を負いかねます。

警告表示の分類

本取扱説明書および製品には、以下の警告や注意の表示(又はラベル)が貼付されています。これらの表示がある場合に誤った取り扱いをすると、身体および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

警告や注意の表示は以下のように使い分けています。これらの表示の内容をよく理解し、指示を守ってください。

警告

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が死亡又は重症を負う可能性があると思われる事項を示しています。

注意

この表示を無視して誤った取り扱いをすると、使用者が障害を負うことが想定される内容、および物的損害の発生が想定される事項を示しています。

その他、取り扱い上重要な情報は [　　] で囲って表示します。

この絵文字が表記されている箇所がある場合は、その部分で、誤った取り扱いをすると身体、および製品に重大な危険を生ずる可能性がある事を示しています。

一般的な注意事項

本製品が万一故障した場合、各種の損害を防止するために、十分な安全対策を施してご使用く だ さい。

仕様に示された規格以外でのご使用、又は改造された製品については、機能および性能の保証は致しかねますのでご留意ください。

本製品を他の装置と組み合わせてご使用になる場合、使用条件および環境などにより、機能および性能が満足できない場合がありますので、十分ご検討のうえご使用く だ さい。

急激な温度変化を与えないでください。結露する可能性があります。

照射光について

本装置は目や皮膚に有害で非常に強い紫外線を放射します。また、ファイバーコネクター接続口から照射される光には、紫外線の他に赤外線が含まれているため、照射により熱が発生します。

以下の事項を守り、操作してください。

ファイバーコネクター接続口を直接覗いたり、光ファイバーからの射出光を直視したりしないでください。強力な紫外線により、視力障害を起こすおそれがあります。

必ず、メガネ・手袋等の保護具を着用して、作業してください（JIS T 8141 参照）。

皮膚に照射しますと、日焼けと同じ炎症を起こすことがあります。

光ファイバーからの射出光を測定試料以外の可燃物（紙、布、薬品等）に照射しないでください。発火する恐れがあります。

ランプカバーを開けた状態では、インターロックが働きランプが点灯できないようになっていますので、UV 光源のインターロックスイッチを強制的に解除してランプを点灯しないでください。紫外線が周囲に散乱し危険です。

高電圧トリガについて

UV 光源のインターロックスイッチを強制的に解除してランプを点灯しないでください。高電圧による感電の危険があります。本装置に使われている水銀キセノンランプは、始動時にランプ両極に 30 kV の高電圧が印加されます。このため、ランプカバーを開けた状態では、インターロックが働きランプ点灯ができないようになっています。

*インターロックスイッチ: ランプカバーを開けた状態でランプが点灯しないためのスイッチ

ランプの交換について

キセノンランプの交換は、ランプ消灯後 15 分以上冷却ファンを回し、内部の温度が十分下がってから行ってください。ランプ点灯中、ランプハウス内は非常に高温となりますので、やけど等に注意してください。

ランプ内部には、高圧[常温時：約 1 MPa（10 気圧）、動作時：約 4 MPa（40 気圧）]のガスが封印されています。落下などの強い衝撃を与えますと、破裂する危険性がありますので、ランプの取り扱いには十分注意してください。

分解・改造の禁止

必要な時以外に、UV 光源のカバーを取り外さないでください。また、内部のねじ類には絶対に触らないでください。光源の内部は精密に調整されています。分解したり改造したりすると、正常動作しないばかりか、装置の異常を引き起こし、火災・感電の原因となります。

振動・衝撃について

装置内部には、ガラス製ランプが装着されています。また、構成部品も精密に調整されています。過度の振動や衝撃を加えますと、ランプの破損や調整の狂いを引き起こし、火災・感電の原因となりますので、装置の取り扱いには十分注意してください。

異常が認められた場合

煙が出ている、変なにおいや音がするなどの異常が認められた場合は、直ちに UV 光源の電源スイッチを切り、その後電源ケーブルを AC 電源から抜いてください。異常状態のままで使用を続けると、火災・感電などの原因となります。

電源について

感電防止のため、電源コードのアース端子を、必ずアースしてください。
表示された電源電圧以外では、絶対に使用しないでください。

ランプの交換について

ランプの寿命は 3000 時間です。3000 時間以上経過後は、交換してください。3000 時間以上ランプを点灯させると、ランプが破裂する危険がありますので、注意してください。

注意

本装置の廃棄方法

UV 光源本体を廃棄する場合は廃棄物処理法に則り、自ら適正に処理して頂くか、もしくは許認可を受けた適正な産業廃棄物処理業者へ委託して処理してください。日本国外で使用し、その国で廃棄する場合は、それぞれの国、州の廃棄物処理に関する法令に従って適正に処理をしてください。

本装置で使用するランプには、高圧のキセノンガス（0.1 MPa～1 MPa 程度）と水銀が封入されています。ランプを廃棄する場合は、廃棄物処理法に則り、自ら適正に処理していただくか、もしくはランプの内圧が高いため、割らずにそのまま、許可を受けた適正な産業廃棄物処理業者へ委託して、処理してください。日本国外で使用し、その国で廃棄する場合は、それぞれの国、州の廃棄物処理に関する法令に従って適正に処理をしてください。

注意

警告ラベルについて

本体上部およびランプカバー内側の警告ラベルは、常にはっきりと見えるようにしてください（Fig.A.1 参照）。ラベルが剥れたり、汚損したりした場合は、付属の新しいラベルと交換してください。

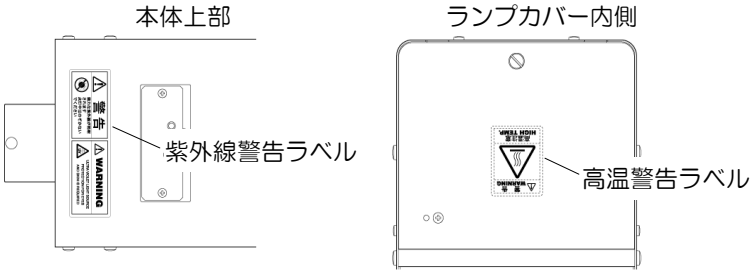
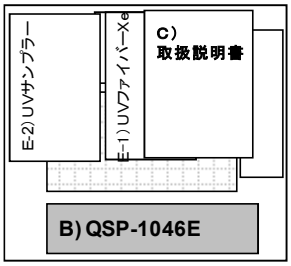
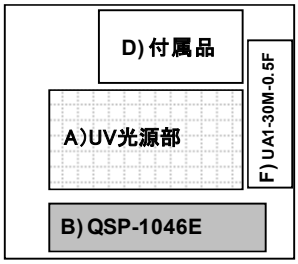


Fig.A.1 警告ラベルの張り位置

UV-1047Xe 梱包内容物確認リスト

本製品のパッケージには、次のものが同梱されています。ご使用になる前に、すべて揃っていることをご確認下さい。 万一梱包内容物確認リストと中身が異なっていたり、欠品あるいは損傷があった場合は、お手数ですが弊社代理店又は弊社までご連絡下さい。





※ 梱包を真上から見た状態

A) 梱包内容: ☐

A1) UV1-7100 ☐

UV光源本体(電源部)（1台）

A2)PY1-7023 ☐

電源ケーブル （1本）

C) 梱包内容 ☐

C1)PY1-7051 ☐

取扱説明書CD ☐

設置手順書 ☐

性能保証書 ☐

C2) ☐

制御ソフトウェア（1枚）

B) 梱包内容: ☐

B1) QSP-1046E

He／Air切替 迅速圧力安定装置（1台）

E) 梱包内容: ☐

E1) ☐

UVファイバーXe（2本）
[内1本はUVサンプラー(E-2)に装着済]
[Re-order No.UV1-7012（1本）]

E2) ☐

UVサンプラー（1本）
[Re-order No.UV1-3801 (1本)]

F) 梱包内容: ☐

F1) UA1-30M-0.5F

Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム(1本)
（ジメチルポリシロキサン、30m、0.25mm id. 0.5µm film）

G) 梱包内容: ☐

G) UV1-7806

ギフト
USB シリアル変換ケーブル(1本)

Ver.1.20

D) 梱包内容: ☐

UV-1047Xe PARTS BOX

D1) UV1-4201 ☐

UVサンプラー調整治具
(1本)

D2) UV1-7301 ☐

液体窒素用保冷用発砲ビーズ(非売品)
(1袋)

D3)PY1-EC80UV ☐

横穴エコカップUV (1セット)
(80uL,20pcs)

D4) UV1-4001 ☐

標準試料
(ポリスチレン小片、Φ3mm、30個)

D5) UV1-7108 ☐

ファイバークランプA

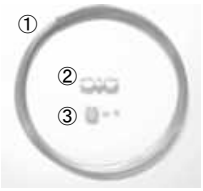
D5) UV1-3802 ☐

UVサンプラースタンド (1台)

D6) PY1-7802 ☐

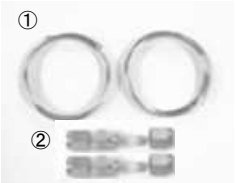
通信ケーブル
(RS-232C、3m、リバース型、1本
ミリサイズネジ4本付属)

D7) UV1-K001 UV配管キット ☐



☐

空気配管セット (1式)
①1/8インチ銅パイプ (3m, 1本) ☐
②1/8ユニオン (1個) ☐
③1/8ナット、フロントフェラル、バックフェラル ☐
(各1個)
[Re-order No.UV1-K101 (1セット)]



☐

配管延長セット (1式)
①1/16インチステンレスパイプ (1.5m, 2本) ☐
②キャリヤーガス接続ユニオンセット (2セット) ☐
[Swagelok1/8インチユニオン(真鍮、1個)、
Swagelok1/8インチナット(真鍮、2個)、
1/8インチバックフェラル(真鍮、2個)、
入出口パッキン(穴開きゴム栓、2個)]

[Re-order No.UV1-K104 (1セット)]

D8) UV1-7501 ☐

デュアーホルダ (1個)

D9) UV1-7201 ☐

デュアー350 (1本)
(液体窒素容器、350ml)

D10) UV1-7105 ☐

キセノンアークランプ(水銀入り) (1個)

目次

ご使用の前に A-2

製品保証規定 A-2

製品のサポート期限について A-2

安全な取り扱いについて A-3

梱包内容物リスト A-8

目次 A-10

第1章 マイクロUV照射装置について 1-1

1.1 開発の背景 1-1

1.2 UV/Py-GC/MSシステムの動作原理 1-2

1.3 システムの基本構成と各部の名称 1-5

第2章 仕様 2-1

第3章 据付 3-1

3.1 UV光源の設置 3-1

3.2 ヘリウムおよび空気の配管 3-4

3.3 UVファイバーXeへのUVサンプラーの取り付け 3-6

3.4 UVファイバーXeのUV光源への接続 3-9

3.5 制御ケーブルの接続 3-9

3.6 電源ケーブルの接続 3-9

3.7 制御ソフトウェアのインストール 3-10

3.8 フィルタ（オプション）の取り付け 3-10

第4章 試料の前処理における留意点 4-1

4.1 試料形状について 4-1

4.2 試料中の揮発性成分の除去について 4-2

第5章 操作方法 5-1

5.1 雰囲気ガスの設定 5-1

5.2 試料カップのUVファイバーへの取り付け 5-3

5.3 UVファイバーのパイロライザーへの取り付けと試料の導入 5-5

5.4 液体窒素による冷却捕集 5-7

5.5 UVの照射（制御ソフトウェアを用いた操作） 5-8

5.6 UVの照射（制御ソフトウェアを用いない手動操作） 5-10

5.7 GC分析の開始 5-11

5.8 UV光源の消灯、終了 5-12

第6章 性能確認 6-1

6.1 UV光源部の動作確認 6-1

6.2 UV光源と制御用PCの通信の確認 6-1

6.3 揮発性劣化生成物測定に関する性能検査 6-3

第7章 メインテナンス 7-1
7.1 加熱炉部のメインテナンス 7-1
7.2 UVファイバーのメインテナンス 7-1
7.3 キセノンランプの交換 7-2
7.4 ランプ点灯累積時間のリセット 7-5
第8章 トラブルシューティング 8-1
8.1 エラー表示 8-1
8.2 その他のトラブル 8-3
第9章 消耗部品一覧 9-1
補足1 検出感度向上のための新しいカラム接続法（アジレント社GC） 補1-1
A. 新しいカラム接続法の効果 補1-1
B. GC注入口の改造 補1-3
C. パイロライザーの準備 補1-5
D. パイロライザーのGC注入口への取り付け 補1-6
E. 分離カラムの取り付け 補1-7
補足2 検出感度向上のための新しいカラム接続法（島津製作所社GC） 補2-1
A. 新しいカラム接続法の効果 補2-1
B. GC注入口の改造 補2-3
C. パイロライザーの準備 補2-5
D. パイロライザーのGC注入口への取り付け 補2-6
E. 分離カラムの取り付け 補2-7

第1章 マイクロUV照射装置について

1.1 開発の背景

高分子材料は、長期間の使用においては光・熱・酸素・湿度・応力や汚染物質などの外的要因により、物理的・化学的特性が次第に劣化することが知られています。今日一般的な材料の劣化試験は、促進劣化試験のためのウェザーメータや屋外暴露試験などが併用されており、それらの結果を勘案して耐用年数を推定することが行われています。この耐候性評価は、自然界で起こり得る劣化の到達点のシミュレーション試験であり、その期間はウェザーメータでは数十日から数ヶ月、屋外暴露では数年ものテスト期間を要していますが、高分子材料の実用性評価のためには非常に重要な試験であります。

また、高分子の光・熱・酸化劣化は、主に光や熱エネルギーによるポリマー鎖の解裂によるラジカルの生成と、それに続く酸化連鎖反応により進行するため、これらの過程で生成する化学種を迅速に解析することがしばしば求められます。光・熱・酸化によるポリマー表面の劣化については、非常に多くの研究がなされており、劣化過程におけるこうした化学反応情報を得ることは種々試みられていますが、劣化中に生成が想定される解裂分子種の検出とポリマーの劣化状態の両方を分析することは不可能でした。

そこで弊社では、ウェザーメータとは異なった視点からUV光源として太陽光に比較的近い波長領域の光を発する、キセノンアークランプ（水銀入り）を用いたマイクロUV照射装置（UV-1047Xe*; 波長範囲280～450 nm）を開発し、製造、販売しました。 マイクロUV照射装置は、弊社製パイロライザーのオプションの一つで、紫外線照射/熱分解（UV/PY）-GC/MS分析法を可能とします。 UV/Py-GC/MS法はウェザーメータや屋外暴露試験の補助的手段として、数時間の光・熱・酸化劣化過程中に生じたppmレベルの微量劣化生成物を効率よく捕捉して分離定量分析を行い、さらに劣化した基質ポリマーを瞬間熱分解法や発生ガス分析法により分析する新しいポリマーの劣化評価法です。

*日本国特許:第4571892号, US特許:US7655185B2

1.2 UV/Py-GC/MSシステムの動作原理

UV/Py-GC/MSシステムの構成をFig. 1.2.1に示します。 本装置は、キセノンアークランプ（水銀入り）からのUV光を光ファイバーにより、パイロライザーの中心部付近に導入し、試料カップ中の試料に直接照射します。 また、UV照射中は空気などの任意の雰囲気下で、試料を所望する温度に加熱します。

UVファイバー先端部と試料カップの拡大図をFig. 1.2.2に示します。UVファイバーと試料カップは、UVファイバーのテーパー部を試料カップ内に挿入することにより、接続されます。ここでは、テーパー部を最後まで挿入し、ファイバー先端と、試料カップ底面に設置された試料との距離を常に一定とすることにより、試料へのUV照射状態を同一条件に保ちます。また、試料より発生した光・熱・酸化劣化による揮発性劣化生成物は、雰囲気ガスと共に通気孔を通り、分離カラムへと導入され、さらに液体窒素に浸漬したキャピラリー分離カラム先端部に冷却捕集されます。その後、必要に応じて試料に吸蔵されている成分を熱脱着（TD）して、液体窒素からカラムを取り出してGC/MS分析を行います。試料カップ内の劣化ポリマーは、発生ガス（EGA）-MS法やPy-GC/MS法により、測定します。

キセノンアークランプ（水銀入り）を光源として、UVファイバー先端より照射される紫外光の分光スペクトルをFig. 1.2.3に示します。オプションのキセノンアークランプ（水銀なし）を用いた場合の分光スペクトルをFig. 1.2.4に示します。

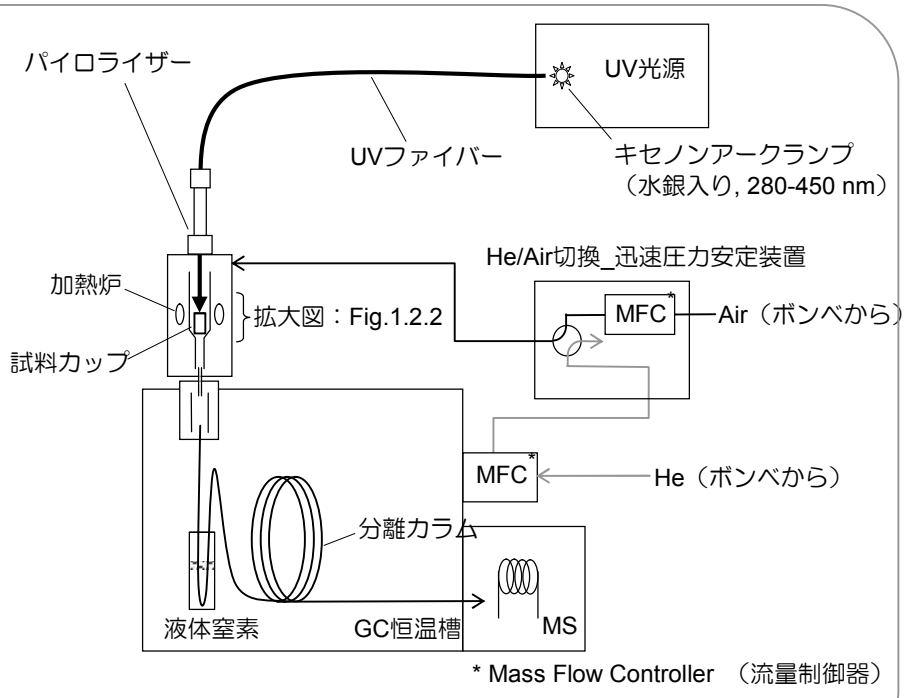


Fig. 1.2.1 UV/Py-GC/MS システムの構成と各部の名称

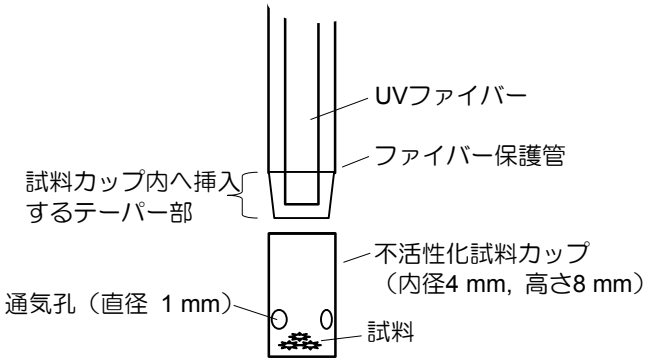


Fig. 1.2.2 UV照射部の拡大図と各部の名称

.

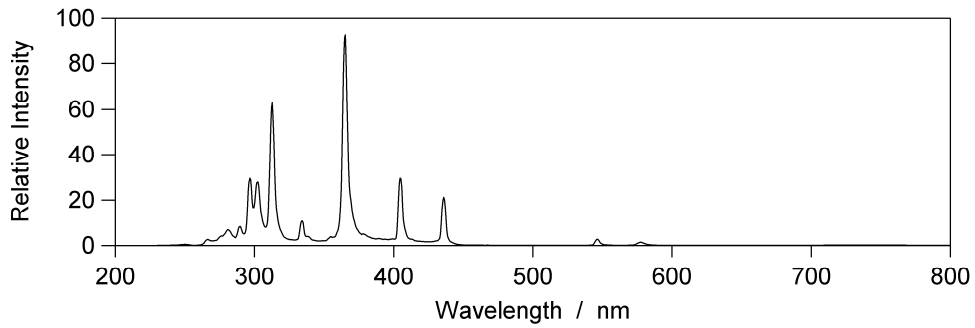


Fig. 1.2.3 UV ファイバー先端から照射される光の分光スペクトル
[光源： キセノンアークランプ（水銀入り）]

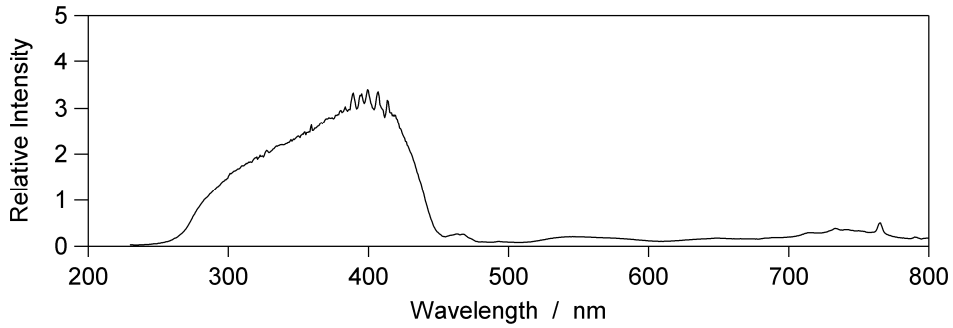


Fig. 1.2.4 UV ファイバー先端から照射される光の分光スペクトル
[光源： キセノンアークランプ（水銀無し）]

1.3 システムの基本構成と各部の名称

1.3.1 UV光源の各部の名称

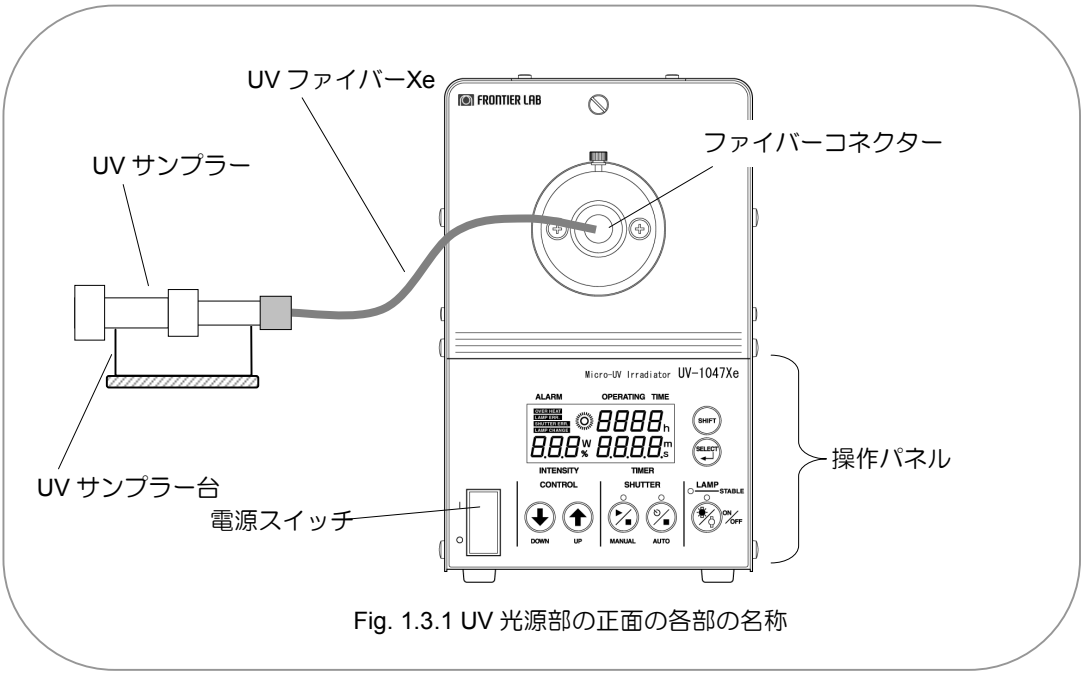


Fig. 1.3.1 UV 光源部の正面の各部の名称

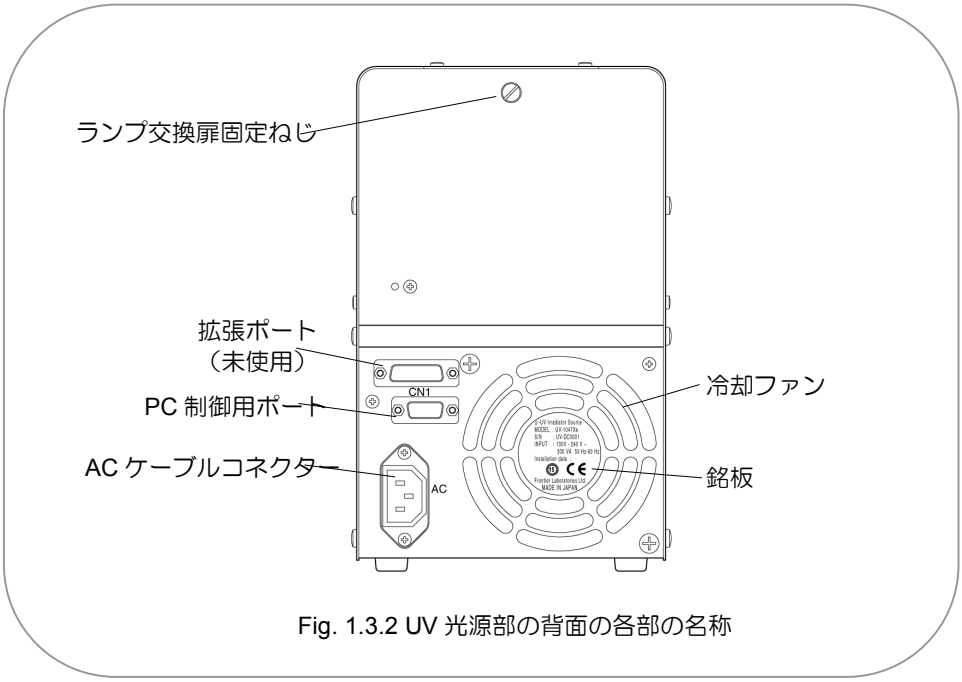


Fig. 1.3.2 UV 光源部の背面の各部の名称

1.3.2 UVファイバーXeとUVサンプラーの各部の名称

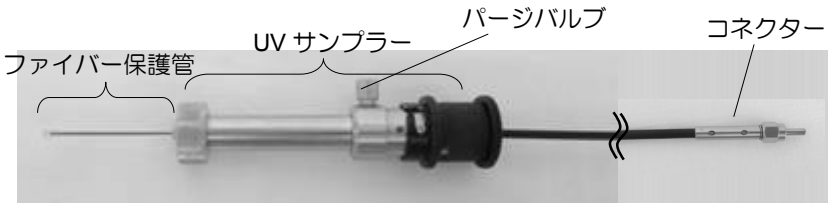


Fig. 1.3.3 UV ファイバーXe と UV サンプラーの各部の名称

1.3.3 He/Air切換_迅速圧力安定装置の各部の名称と流路

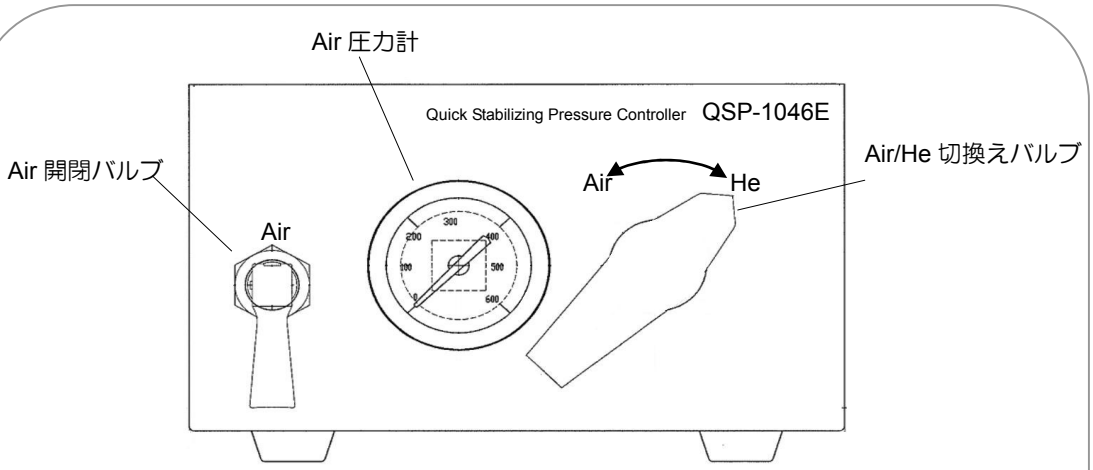


Fig. 1.3.4 He/Air 切換_迅速圧力安定装置の各部の名称

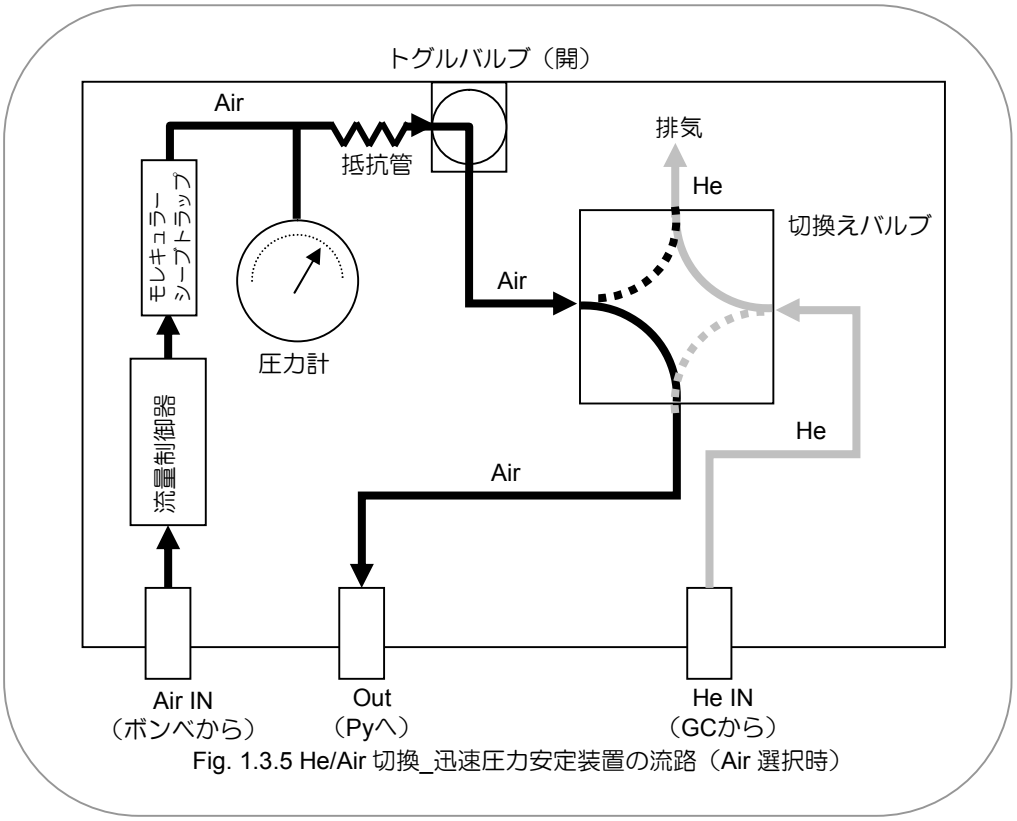


Fig. 1.3.5 He/Air 切換_迅速圧力安定装置の流路（Air 選択時）

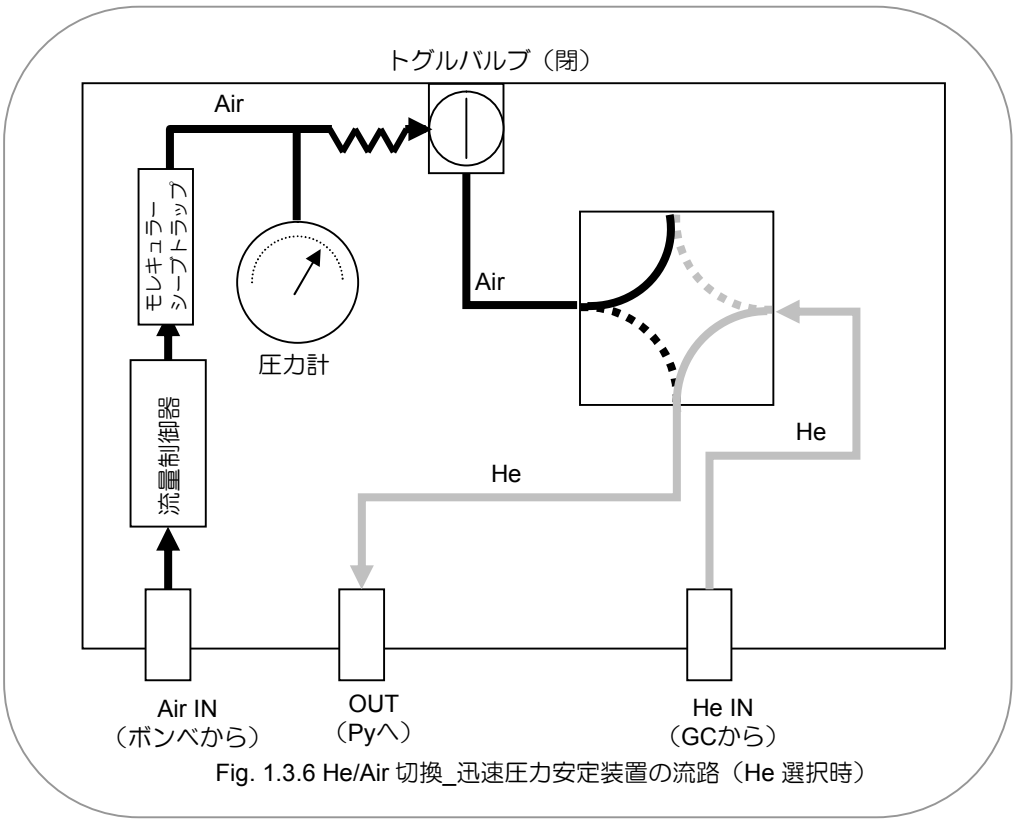


Fig. 1.3.6 He/Air 切換_迅速圧力安定装置の流路（He 選択時）

第2章 仕様

光源部：	光源	：キセノンアークランプ（水銀入り） （オプション：キセノンアークランプ（水銀無し））
	波長範囲	：280～450 nm （オプションのフィルターの使用により、280～400 nm, 350～400 nm の選択も可能）
	光量	：60 mW/cm^2 以上（365 nm）、700 mW/cm^2 以上（280～450 nm）
	光源寿命	：3000 時間
	光量制御	：0～100%（1%毎）
	電源	：AC100V～240V, 50 / 60 Hz
	消費電力	：300VA 以下
制御：	付属 PC 用ソフトウェアにより、ランプの ON / OFF、シャッターの開/閉ならびに照射時間の制御が可能 ・照射時間は 1 分～999 時間、1 分毎の制御が可能 ・ランプの ON / OFF とシャッターの開/閉は手動での制御も可能 制御用 PC 要件：・OS Windows 7, Vista , XP 日本語又は英語版 ・RS-232C インターフェースポート 1 ポート	
適用機種：	マルチショット・パイロライザー（EGA/PY-3030D）、ダブルショット・パイロライザー（PY-2020iD）、シングルショット・パイロライザー（PY-3030S、PY-2020iS）	
配管仕様：	本製品へのガス配管は、Swagelok 1/16 又は 1/8 接続部品を使用	
標準付属品：	UV 光源部、光ファイバー/サンプラー部（UV サンプラー台パッドつき）、He/Air 切換_迅速圧力安定装置、配管キット、Ultra ALLOY 金属キャピラリーカラム（UA1;ジメチルポリシロキサン、30 m、 0.25 mm i.d.、0.5 µm film）、液体窒素容器	
ユーザー準備品：	・雰囲気ガスとして圧縮空気ボンベ（300～500 kPa、キャリヤーガスとして使用するため、配管汚染に留意のこと） ・空気の取り出し口が本機設置位置から配管距離で 3 m 以内にあること。また、取り出し口には 1/8 インチ Swagelok ナットが接続できること。 ・液体窒素（性能検査目的においては最少 350 ml 必要とする）	

外観および仕様等は、製品改良のため予告無く変更することがありますのでご了承ください。

第3章 据付

3.1 UV光源の設置

3.1.1 ランプの取り付け

本装置を初めてお使いになる場合は、最初に本体に同梱のランプを取り付けてください。

① 電源スイッチをOFFにします。

② ランプ交換扉固定ねじをゆるめ、ランプ交換扉を手前に開きます（Fig.3.1.1）。

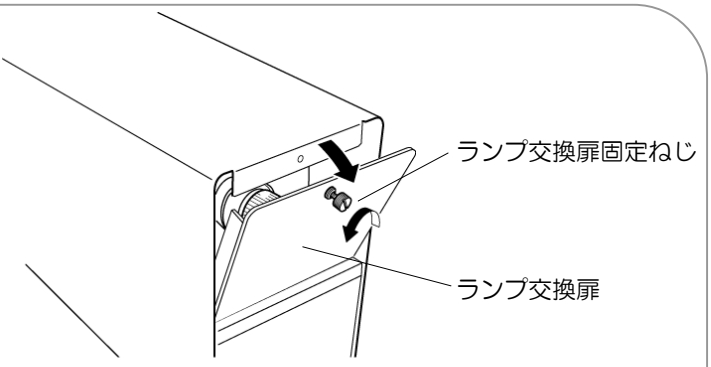


Fig. 3.1.1 ランプの取り付け 1

③ ランプ固定キャップを外します。

④ ランプをランプ梱包箱から取り出します。

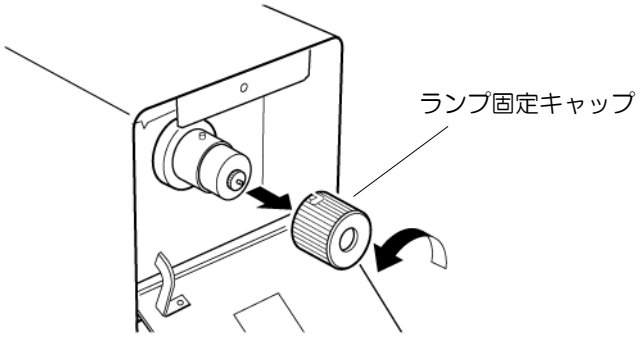


Fig. 3.1.2 ランプの取り付け 2

⑤ ランプフランジを持ち、静かにまっすぐにランプホルダーの穴に挿し込みます。この時、スリットが真上にくるように調節し、ランプフランジを持ったままランプを押し込みます。

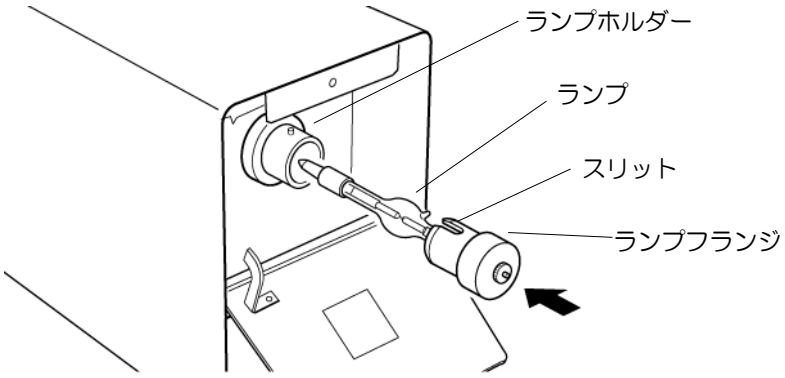


Fig. 3.1.3 ランプの取り付け 3

⑥ ランプが奥まで収まったら、ランプ固定キャップを押しながら回してランプをしっかりと固定します。この時、ランプ固定キャップの溝部とランプホルダー部のピンの位置を合わせ、押し込みながら右（時計回り）に回します。ランプ固定キャップは、カチッと音がして確実にロックされるまで回してください。

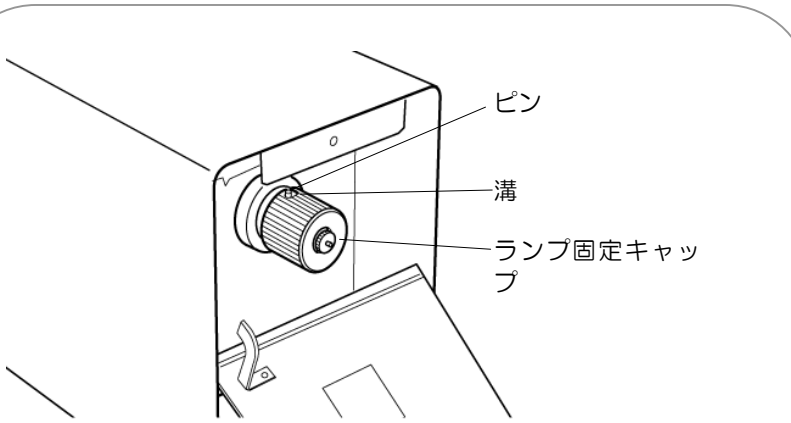


Fig. 3.1.4 ランプの取り付け 4

⑦ ランプ交換扉を閉じ、ランプ交換扉固定ねじを締めます。

警告

ランプの取り扱いには十分注意してください。ランプ内部には、高圧のガス [常温にて1MPa（10気圧）] が封入されています。落下などの強い衝撃を与えると、破裂する危険性があります。

注意

ランプガラス部およびランプ先端部には、素手で触らないでください。万一汚れや油が付着した場合は、アルコールを付けたガーゼ（柔らかい布）で拭き取ってください。

ランプの取り付けは、確実に行ってください。取り付けが不完全だと、放射出力強度が不安定になり、点灯しない場合があります。

3.1.2 UV光源の設置

UV光源の設置にあたっては、背面の冷却ファン出口および側面の空気吸入口を、壁から10 cm以上離してください（Fig. 3.1.5）。また、周りを囲まれる密閉空間にUV光源を設置する場合は、排気ダクトを設けるなどして、強制排気を行ってください。

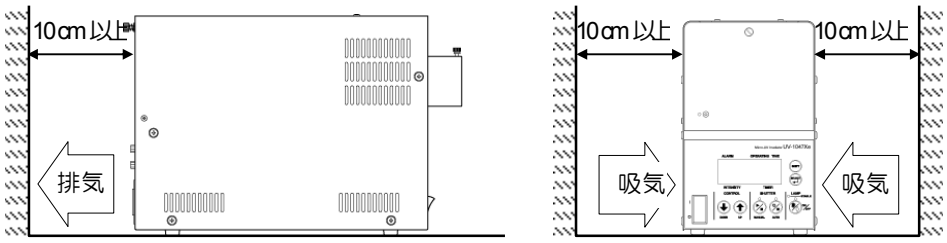


Fig. 3.1.5 UV 光源の設置場所に関する留意点

注意

高温・高湿の場所には設置しないでください。（推奨使用環境　周囲温度：25℃、湿度：80%以下）

冷却ファンの排気が滞留しないよう、風通しのよい場所に設置してください。

ランプの点灯初期には、微量のオゾンが生成されオゾン臭がします。人体に影響するレベルではありませんが、密閉された部屋で長時間利用する場合は、時々換気を行ってください。

3.2 ヘリウムおよび空気の配管

標準付属のHe/Air切換 迅速圧力安定装置 QPS-1046Eにガス配管を接続します（下図のFig.3.2.1を参照）。

3.2.1 He/Air切換 迅速圧力安定装置をGCの近く（通常GCの左右いずれかの操作しやすい位置）に設置します。

3.2.2 ヘリウムガスを接続します。GCのキャリヤーガス流量制御器からのヘリウムガス配管（パイロライザーのキャリヤーIN に接続されている配管）をHe/Air切換 迅速圧力安定装置背面の「He IN」に接続します。必要に応じて付属の配管延長セットの1/16インチステンレスパイプを使用してください。1/16インチパイプの接続には、入り出口パッキン（シリコンゴム製）を使用します。

3.2.3 空気を接続します。He/Air切換 迅速圧力安定装置背面の「Air IN」に接続します（1/8インチ金属フロント/バックフェラルを使用します）。空気の供給圧力は300~500 KPaとします。必要に応じて付属の銅パイプをご使用ください。空気ボンベからGC付近までの配管は製品には含まれませんので、予めご用意ください。

3.2.4 パイロライザーのキャリヤーガスパイプ(CARRIER IN)をHe/Air切換 迅速圧力安定装置背面の「Gas OUT」に接続します。必要に応じて付属の配管延長セットの1/16インチステンレスパイプを使用してください。1/16インチパイプの接続には、入り出口パッキン（シリコンゴム製）を使用します。

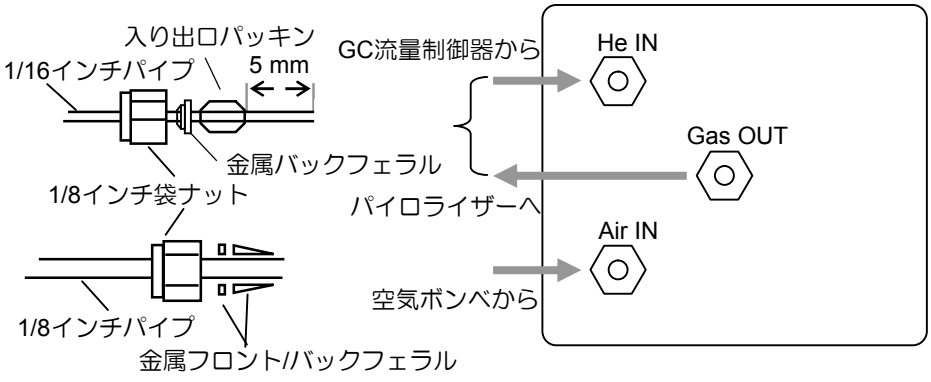


Fig. 3.2.1 キャリヤーガスの配管

3.3 UVサンプラーのUVファイバーXeへの取り付け

以下は、UVファイバーの交換作業手順です。

UVサンプラーをUVファイバーXeへ取り付けます（Fig. 3.3.1）。

Fig. 3.3.1 UV サンプラーに UV ファイバーXe を取り付けた状態

3.3.1　Fig. 3.3.2に示した6つの部品を用意してください。

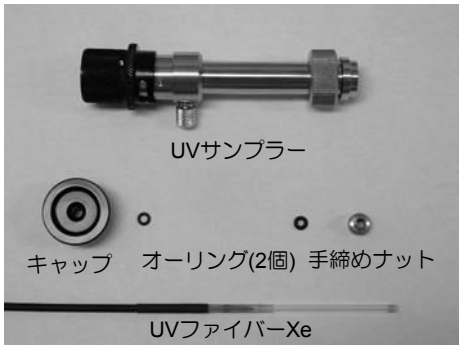


Fig. 3.3.2 UV サンプラー組立部品

注意

UV ファイバーに強い力を加えると破損する恐れがあります。無理に折り曲げたりしないように、取り扱いに留意してください。

3.3.2 UVサンプラー上部から、UVファイバーXeの保護管を挿入します。このとき、(1) キャップ、(2) オーリング、(3) UVサンプラー、(4) オーリング、(5) 手締めナットの順序で挿入します (Fig. 3.3.3)。

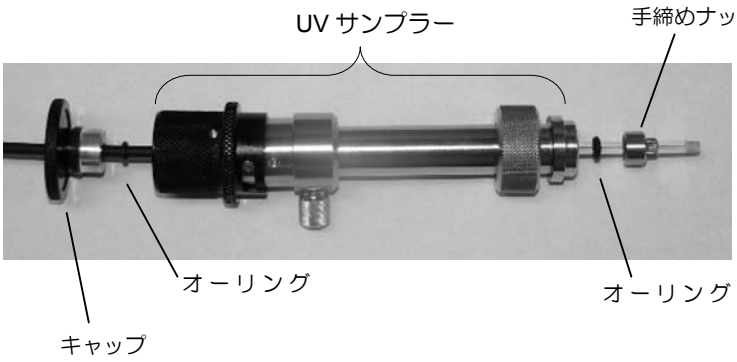


Fig. 3.3.3 UV ファイバーXe を挿入する

3.3.3 手締めナットを軽く締めてファイバー保護管を仮止めします (Fig. 3.3.4)。

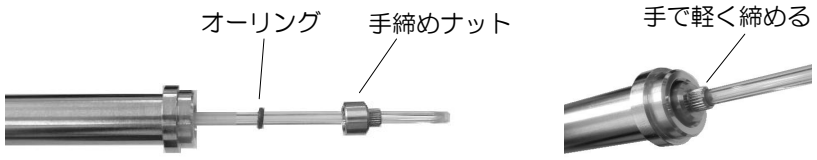


Fig. 3.3.4 UV サンプラーの UV ファイバーXe への取り付け

3.3.4 ファイバー保護管調整治具（Fig. 3.3.5-a）を使用して、ファイバー保護管の長さを調節します。治具にファイバー保護管を挿入して（Fig. 3.3.5-b）、ファイバー保護管の先端が治具の先端と一致するように長さを調整します。治具と一緒に手締めナットを手で強く締めて（Fig. 3.3.5-c）、ファイバー保護管を固定してください

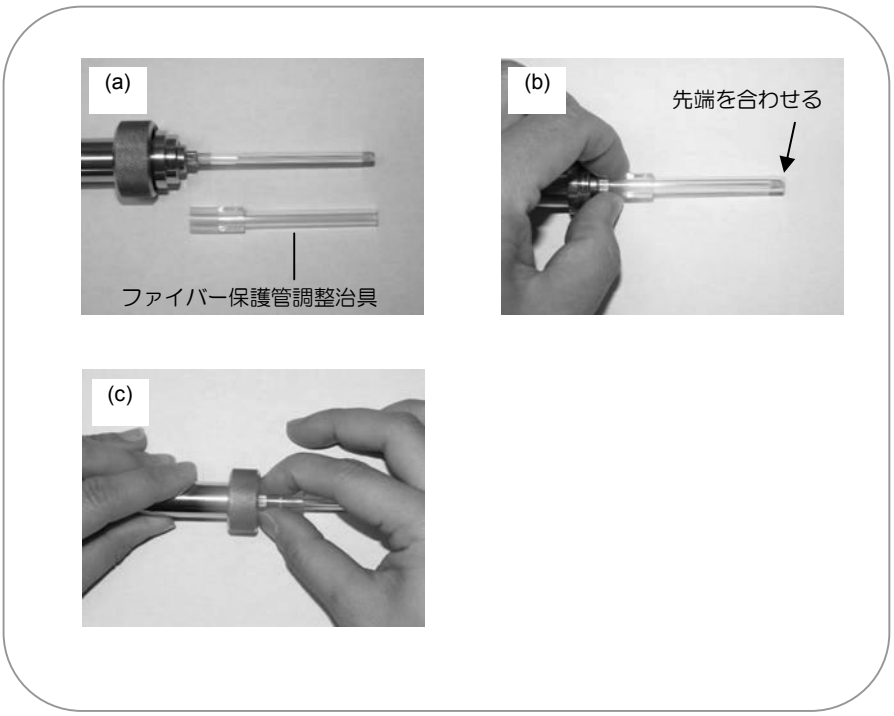


Fig. 3.3.5 ファイバー保護管の固定

3.3.5 UVサンプラー上部のキャップを手で締めて固定します（Fig. 3.3.6）。

3.4 UVファイバーXeのUV光源への接続

3.4.1　UVファイバーをUV光源のファイバーコネクターに接続し、UVファイバーのナットを手締めします。

3.4.2　UVサンプラーはUVサンプラー台に置いて保持します。

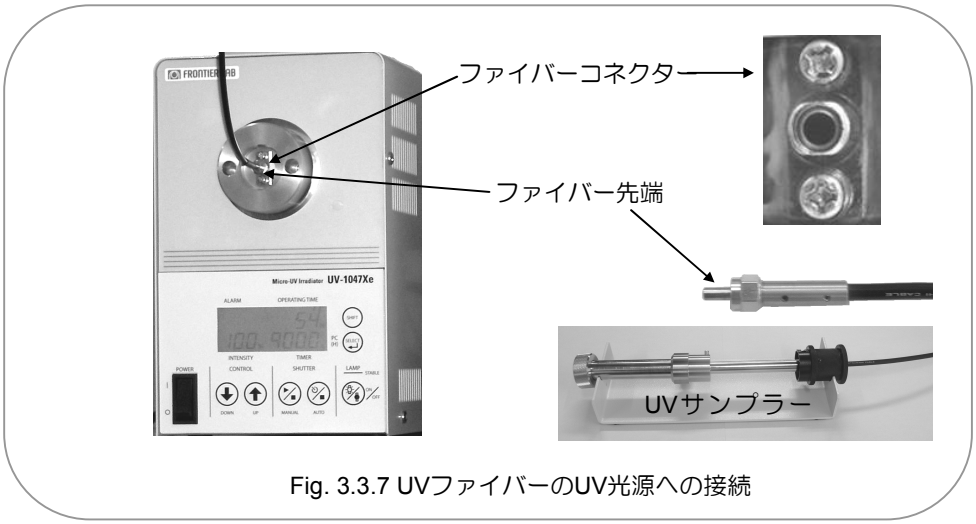


Fig. 3.3.7 UVファイバーのUV光源への接続

注意

UV ファイバーの接続は、必ず手締めで行ってください。（スパナを用いて強く締めると、コネクターを破損する恐れがあります）

3.5 制御ケーブルの接続

付属のRS232Cケーブルで PCのCOMポートとUV光源背面のPC制御用ポートを接続します。

3.6 電源ケーブルの接続

UV光源背面のACケーブルコネクターに付属の電源ケーブルを接続します。

3.7 制御ソフトウェアのインストール

3.7.1 制御ソフトウェアのCDディスクをPCに挿入します。

3.7.2 “Setup.exe”をダブルクリックするとインストールが始まります。PCディスプレイに表示される指示に従って作業を進めてください。“Installation Completed”と表示されたら完了です。CDをPCから取り出して保管します。

3.8 フィルタ（オプション）の取り付け

オプションのフィルタを使用する場合は、フィルタホルダを用いて取り付けてください（Fig.3.7.1）

3.8.1 UV 光源上部のフタを固定する M3 ネジを、ドライバーを使用して外します。

3.8.2 フタにフィルタを取り付けます。フィルタホルダの角を刻印の内側に合う方向で取り付けてください。

3.8.3 フィルタを光源に挿入します。

3.8.4 フタをねじで固定します。

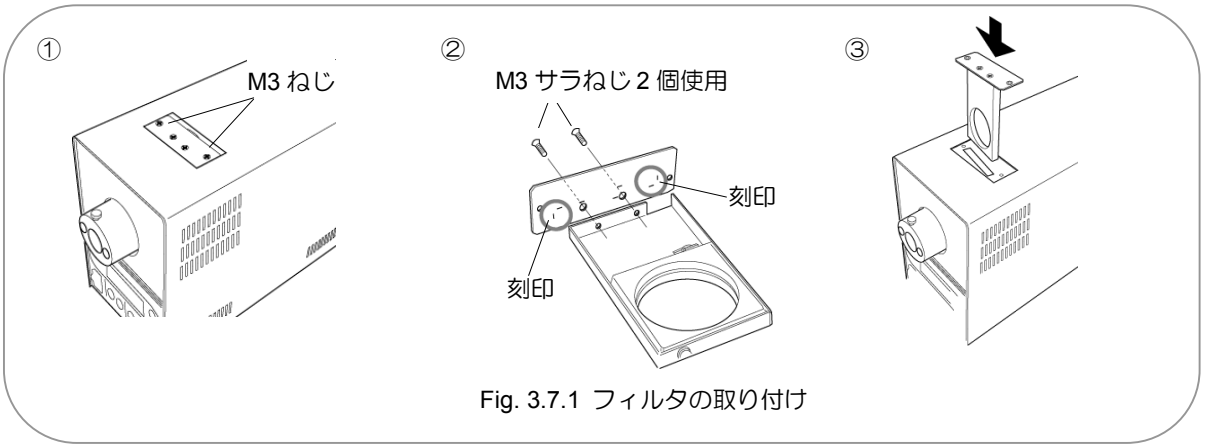


Fig. 3.7.1 フィルタの取り付け

注意

フィルタの取り付けは、電源コードを抜いて行ってください。
ランプを点灯している最中は、フィルタを取り付けないでください。
フィルタの取り付けは、ランプ消灯後10分以上待ち、装置が十分冷えてから行ってください。

第4章 試料の前処理における留意点

UV/Py-GC/MSシステムを用いた測定においては、試料の前処理について以下の点にご留意頂き、測定を行なってください。

4.1 試料形状が測定結果の再現性に及ぼす影響について

UV/Py-GC/MSシステムを用いた測定では、試料形状は通常のPy-GC/MS測定に比べて、測定結果の再現性に大きく影響を及ぼします。 これは、試料の表面積により光・熱・酸化劣化反応の進行速度が大きく変化するためです。 再現性の良い測定結果を得るためには、分析毎の試料形状を出来るだけ一定に保つことが必要です。 カッターなどにより切削した試料の小片を測定する場合には、試料形状が分析毎に異なるため、再現性の良い測定結果が得られない場合もあります。また、加熱温度により、試料が変形することもありますので注意してください。測定の際には、以下３つの手法を基本に、分析毎の試料形状をできるだけ一定にすることにご留意ください。

4.1.1 薄膜法

測定試料を揮発性の溶媒に溶解し、その一定量を試料カップに採取し、その後溶媒を揮発させ、試料カップ内に薄膜を形成させる手法です。架橋型ポリマーなど、溶媒に不溶な試料は、以下の粉末法又は薄片試料法をご使用ください。

4.1.2 粉末法

試料を凍結粉砕機やポリマープレッパー（弊社製）などを用いて、粉末として試料カップに採取する手法で測定結果の再現性に優れたサンプリング法です。ふるいを用いて、粉末の粒径を一定に揃えるとより効果的です。 また、試料カップ内に試料を採取する際には、出来るだけ試料カップの底面に均一に試料粒子が並ぶように、試料を採取してください。

4.1.3 薄片試料法

シート状の試料をマイクロパンチャー（弊社製）などで一定の大きさに切り出し、試料カップに採取する方法です。試料はできるだけ試料カップの底面に平たくなるように設置してください。

4.2 試料中の揮発性成分の除去について

UV/Py-GC/MSシステムを用いた揮発性の劣化生成物の測定においては、しばしば微量成分を解析する必要があります。試料中に予めこれらの成分が残留物などとして含まれている場合には、それらが目的成分の測定に妨害となることがあります。このような場合には、予めソックスレー抽出法や熱脱着法などにより、試料中の揮発性成分を除去してから測定してください。

第5章 操作方法

5.1 雰囲気ガスの設定

UV-1047Xeに標準付属のHe/Air切換_迅速圧力安定装置による、雰囲気ガス（空気またはヘリウム）の設定を行う手順を示します。 その他の流量制御装置をご使用の場合には、各装置の操作マニュアルをご参照ください。

5.1.1 空気を使用する場合の流量の設定方法

流量の確認を行います。空気の流量は、出荷時に10 ml/min（供給圧力： 300 kPaの場合）に調整されています。 これは、UV/Py-GC/MSシステムにより、揮発性の劣化生成物を測定する際の推奨値です。測定を開始する前に、空気の流量をご確認ください。

① Air/He切換えバルブでAirを選択し、Air開閉バルブを開きます（手前に起こす）。この操作で空気がキャリヤーガスとして、パイロライザーへ “Gas OUT”から流れます（Fig. 5.1.1）。

② 背面の“GC OUT”の配管を一度外し、流量計で空気の流量を測ります。約10 ml/minであることを確認してください（Fig. 5.1.2）。

注意

空気をキャリヤーガスとして使用する場合も、ヘリウムキャリヤーガスはその総流量が GC の流量調整器で調整され、Fig. 5.1.2 ならびに 5.1.3 に示す“He IN”へ流れます。 長時間の UV 照射の雰囲気ガスを空気で使用する場合は、ヘリウムガスの消費量を低減するために、GC で制御するヘリウムガスの総流量（設定値）を 10 ml/min 程度にしておく事をお勧めします。

③　空気の流量を調整する場合は、カバーを外し、Fig. 5.1.3の内部の流量制御器のつまみを回して、流量を調整してください。

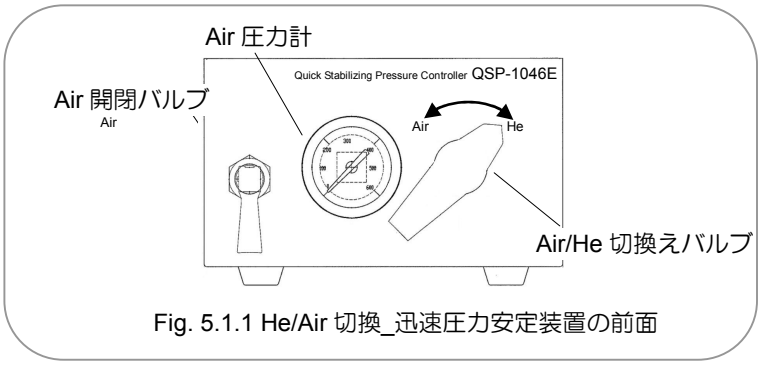


Fig. 5.1.1 He/Air 切換_迅速圧力安定装置の前面

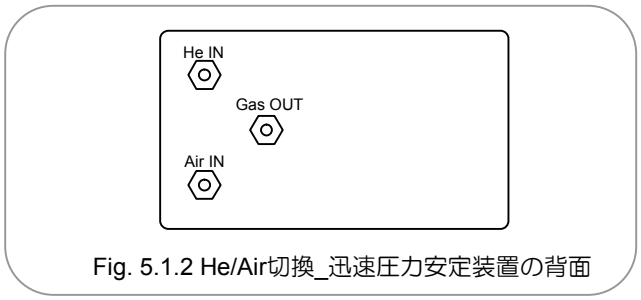


Fig. 5.1.2 He/Air切換_迅速圧力安定装置の背面

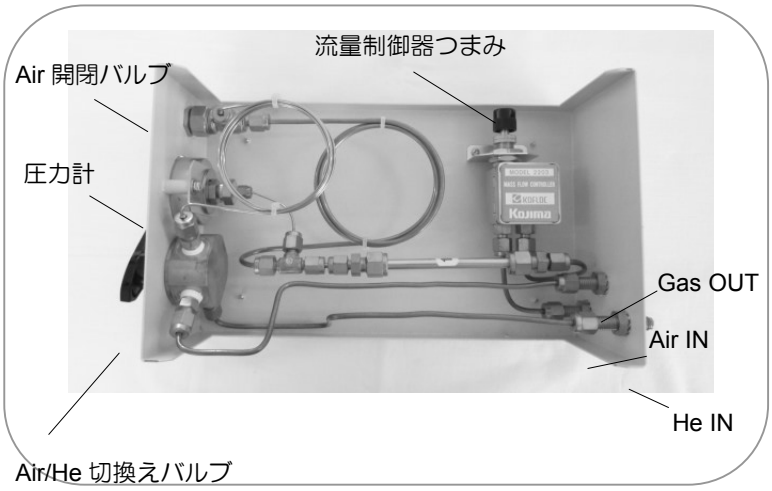


Fig. 5.1.3 He/Air 切換_迅速圧力安定装置の内部

5.1.2 ヘリウムを使用する場合の設定方法及びチェック法

① ヘリウムガスはGCの流量制御機能により流量制御され、He/Air切換 迅速圧力安定装置を経由してパイロライザーへ流れます。流量の調整は各GCの流量制御器の設定により行ってください。

② 本装置のAir/He切換えバルブをHe側にします。

5.2 試料カップのUVファイバーへの取り付け

5.2.1 試料を付属の横穴エコカップUV（PY1-EC80UV）に採取します。試料の取り扱いについては、第4章をご参照ください。

5.2.2 UVサンプラーを縮め、UVサンプラーの先端からファイバー保護管が出た状態にします（Fig 5.2.1）。

5.2.3 ファイバー保護管先端のテーパー部を試料カップに挿入します（Fig. 5.2.2）。UVファイバーに接続した試料カップが、落ちてしまう場合は、試料カップの外側をピンセットなどで軽く押して、試料カップの形状を僅かに変形させ、UVファイバー先端のテーパー部と、強く接触するようにしてください。

注意

UV ファイバーが、試料カップに入りにくい時は、カップが歪んでいる可能性がありますので、無理に挿入しないでください。ファイバーが破損する恐れがあります。
保護管のテーパー部が完全に試料カップ内に入るように挿入してください。このとき試料カップがすぐに落ちるようでしたら、試料カップを指で少し変形させるようにつまんでから再度挿入して自然に抜けないことを確認してからご使用ください。
試料カップの通気孔が試料でふさがれていないかどうか確認してください

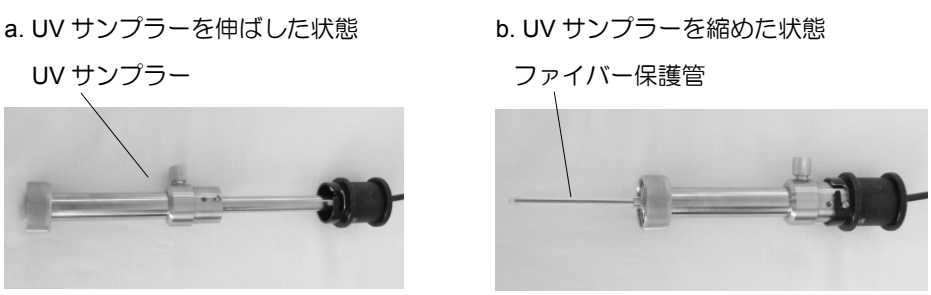


Fig. 5.2.1 UV サンプラーの伸縮

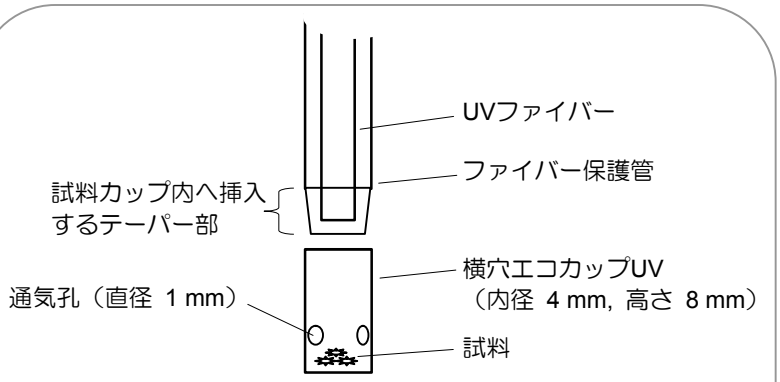


Fig. 5.2.2 UVファイバーと試料カップの接続

5.3 UVファイバーのパイロライザーへの取り付けと試料の導入

5.3.1 UVサンプラーを伸ばし、ファイバー保護管がUVサンプラー内部に収納された状態にします（Fig. 5.2.1a）。

5.3.2 試料カップを取り付けたUVファイバーをパイロライザー加熱炉のサンプラーベースに取り付け、サンプラーナットで固定します（Fig. 5.3.1）。

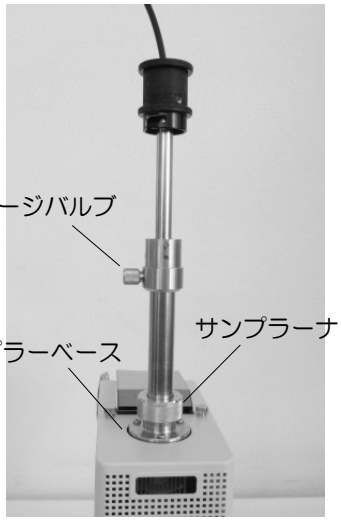


Fig. 5.3.1 UV サンプラーのパイロライザーへの取り付け

5.3.3 UVサンプラーのパージバルブを約30秒間開放し、パイロライザー内の空気をパージします（キャリヤーガスに空気を用いる場合には、この操作は必要ありません）。

5.3.4 GC注入口圧力が設定値に達したことを確認し、UVサンプラーを押し下げ試料をパイロライザーの加熱炉内へ導入します（Fig. 5.3.2）。

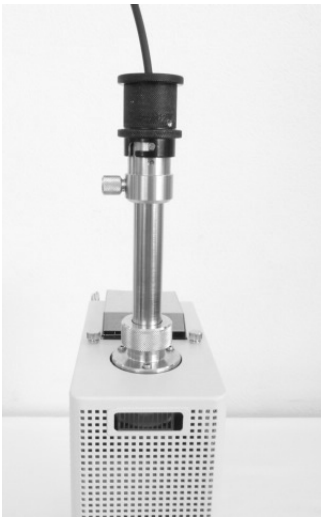
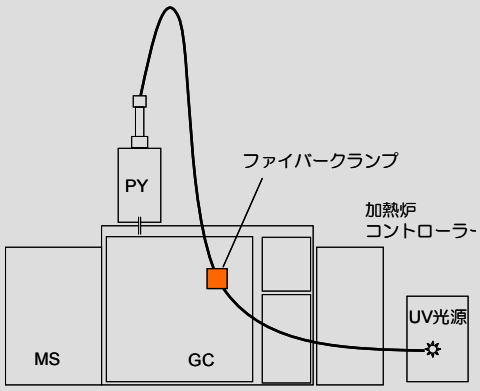


Fig. 5.3.2 試料の加熱炉への導入

注意

操作時には、UV ファイバーに手や顔などが引っ掛からないようにご注意ください。UV ファイバーが破損したり、思わぬ怪我をしたりする場合があります。UV ファイバーが操作の妨げになる場合には、付属のファイバークランプなどを用いて、下図のように UV ファイバーを操作の妨げにならないように留めてください。GC オーブンの扉に留める場合には、扉の開閉時にファイバーを破損しないようにご注意ください。



5.4 液体窒素による冷却捕集

5.4.1　液体窒素を付属のデュアーに入れ、GCオーブン内に設置します。（Fig. 5.4.1）

5.4.2　注入口に接続された分離カラムの入口部分をデュアーの底にカラムが触れるまで液体窒素に浸漬します。これはUV照射中に液体窒素の残量が少なくなっても、分離カラムを液体窒素に浸漬させ、確実に低沸点成分を捕集するためです。室温によりますが、付属の350 mlデュアー内に入れた液体窒素で7～12時間の冷却捕集が可能です。

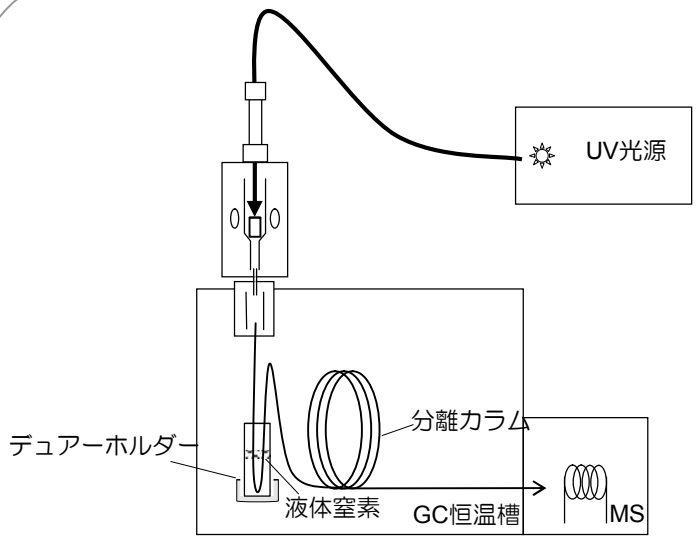


Fig. 5.4.1 液体窒素による分離カラム内での低沸点成分の冷却捕集

注意

液体窒素に直接触れると、凍傷になる恐れがあります。 液体窒素を取り扱う際には、必ず皮製の手袋をご使用ください。

5.5 UVの照射（制御ソフトウェアを用いた操作）

PCにインストールした制御用ソフトウェア（UV-1047Xe Control）により、UV光源の制御を行います。以下の手順に従い、UV照射を開始します。（手動でのUV照射時間設定については、5.6を参照願います。）

5.5.1 UV光源の電源をONにしてから、制御ソフトウェア（UV-1047Xe Control）を起動します。 Fig.5.1.1の画面が表示されます。

5.5.2 「ランプON/OFFボタン」をクリックしてください。ランプは直ちに点灯しますが、光量が安定するまでに最短でも２分を要します。光量が安定すると、ランプ安定表示が赤から緑に変わり、同時に「Stable」と表示されます。

5.5.3 光量設定ボタンにより相対光量を設定します。

5.5.4 UV照射時間を [Set] に設定します。

5.5.5 [START] ボタンをクリックします。[START] してからUVランプの安定時間（5分）を過ぎてからシャッターが開き、試料へのUV照射が開始され、照射経過時間のカウントが始まります。ランプがあらかじめ点灯していない場合にはランプが点灯され、光量が安定した後にシャッターが開き、UV照射が開始され、照射経過時間のカウントが始まります。(設定時間前に照射を停止する場合は [STOP] ボタンをクリックします。シャッターが閉じ、ランプが消灯します。)

5.5.6 照射経過時間が設定した照射時間に達すると、シャッターが閉じ、ランプが消灯します。

5.5.7 [遮光シャッター開閉ボタン] をクリックすることにより、照射時間を設定せずに、UV照射を開始することも出来ます。

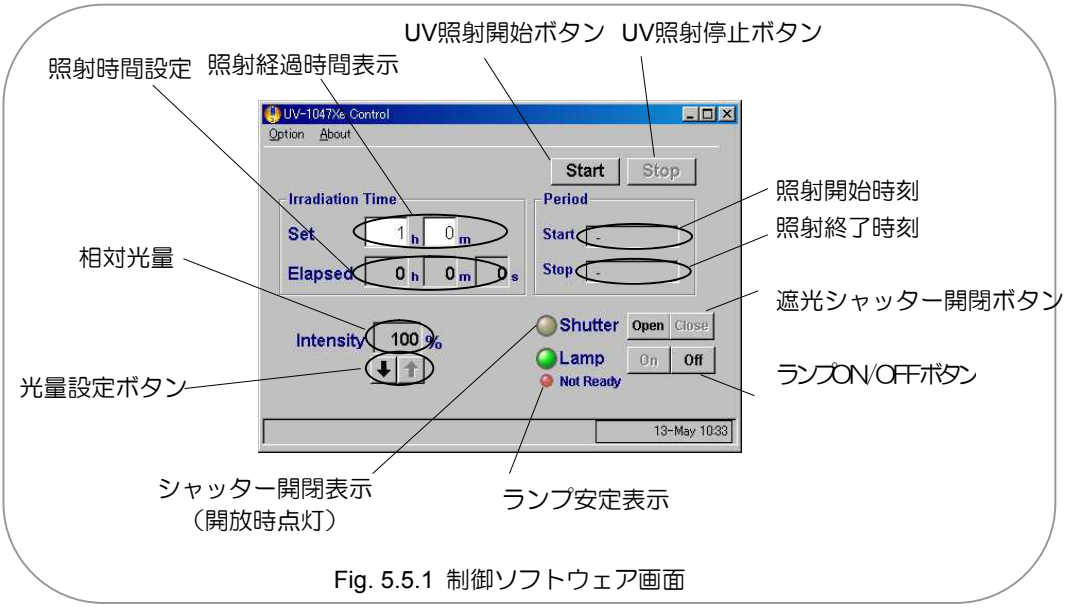


Fig. 5.5.1 制御ソフトウェア画面

5.6 UVの照射（制御ソフトウェアを用いない手動操作）

通常は、PCにインストールした制御用ソフトウェア（UV-1047Xe Control）により、UV光源の制御を行いますが（5.5参照）、PCが使用できない場合には、操作パネル（Fig. 5.6.1）からUV照射を行うことも出来ます。以下の手順に従って、UV照射を開始します。

5.6.1 UV光源の電源をONにしてください。

5.6.2 [XeランプON/OFFボタン] を押してください。光量が安定するまでに約 5 分間を要します。光量が安定すると、ランプ安定表示灯が点灯します。

5.6.3 光量を設定します。[表示切換ボタン] の [SHIFT] を押しながら [SELECT] を押して、光量設定の表示.に切り替えてください。[光量 / 照射時間設定ボタン] で光量を設定してください。

5.6.4 照射時間を設定します。[表示切換ボタン] の [SHIFT] を押しながら [SELECT] を押して、照射時間設定の画面に切り替えてください。[光量 / 照射時間設定ボタン] で照射を設定してください。

5.6.5 [オート操作ボタン] を押します。シャッターが開き、試料へのUV照射が開始されます。設定時間前に照射を停止する場合は [オート操作ボタン] をもう一度押します。

5.6.6 [シャッター開閉ボタン] を押すことにより、照射時間を設定せずに、UV照射を開始することも出来ます。

注意

制御ソフトウェアを用いない場合、手動による UV 照射時間は、最長で 999 秒です。それ以上の時間 UV 照射を行う場合は、時間を計測しながらシャッター開閉ボタンを用いて操作してください。

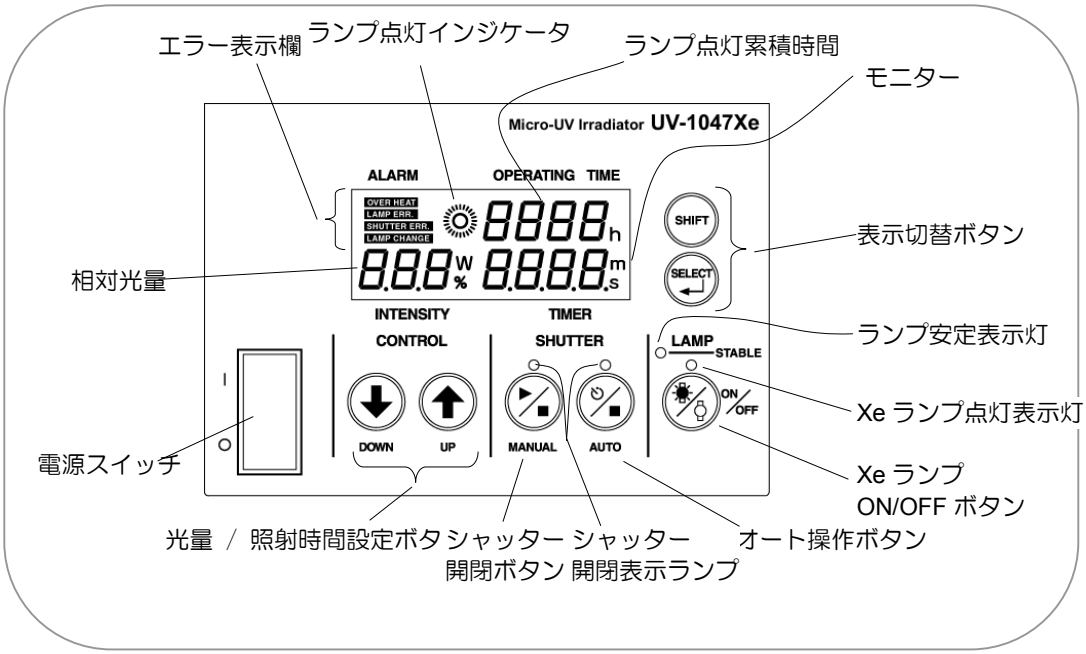


Fig. 5.6.1 操作パネルの各部の機能

5.7 GC分析の開始

5.7.1 雰囲気ガスに空気を使用していた場合には、UV照射終了後に雰囲気ガスをヘリウムに切り換えます。ヘリウムガスの流量は通常50 ml/min程度とします。ここでVent-free GC/MSアダプターを使用しない時は、カラムを液体窒素に浸漬した状態で、15分程度保持します。分離カラムとMS内の空気をヘリウムに置換してからMSを動作させます。Vent-free GC/MSアダプター（弊社製）を使用しますと、置換に必要な時間を短縮できます。

5.7.2 カラムを液体窒素から取り出し、デュアーをGCオーブンから取り出します。

5.7.3 GCオーブンドアを閉じ、GCをスタートします（GC/MSは予めデータ取り込み準備を行っておいてください）。

注意

空気から He への MS 内の残留空気除去のための必要な置換時間は、各 MS メーカーの機種により異なります。GC/MS 分析を開始する前に、空気のバックグラウンドが十分に下がっていることを確認してください。

5.8 UV光源の消灯、終了

5.8.1　制御ソフトウェアを用いた操作

「遮光シャッター開閉ボタン」を押すことにより、シャッターを閉じてください。「ランプON/OFFボタン」をクリックしてください。ランプが消灯した後、10分程度待ち、UV光源部の裏面からの冷却ファンからの熱風温度を確認してから電源スイッチをOFFにします。

5.8.2　操作パネルを用いた手動操作

「XeランプON/OFFボタン」を押してください。Xeランプ点灯表示灯が点滅している間に、再度「XeランプON/OFFボタン」を押してください。ランプが消灯した後、10分程度待ち、光源部が冷えてから、電源スイッチをOFFにします。

注意

UV 光源の使用を終了する場合は、ランプを消灯した後 10 分以上冷却ファンを回し、装置内を冷却してから電源を OFF にしてください。（装置背面から排出される熱風温度が冷えていることを確認してください。）

第6章 性能確認

6.1 UV光源部の動作確認

キセノンランプと各動作表示ランプおよびスイッチの動作確認をします。各ランプやボタンの名称はFig. 5.5.1とFig. 5.6.1を参照してください。

6.1.1 UV光源の電源スイッチをONにしてください。操作パネルのモニターが点灯することを確認してください。

6.1.2 操作パネルのXeランプON/OFFボタンを押してください。Xeランプ点灯表示灯およびモニター中のランプ点灯インジケータが点灯することを確認してください。

6.1.3 操作パネルのシャッター開閉ボタンを押してください。シャッターの開閉音がすることを確認してください。

6.2 UV光源と制御用PCの通信の確認

制御用ソフトウェアから、ランプやシャッターなどの制御が出来ることを確認します。各ランプやボタンの名称はFig. 5.5.1とFig. 5.6.1を参照してください。

6.2.1 UV光源の電源をONにし、制御用ソフトウェア“UV-1047Xe Control”を起動します。UV光源と通信できない場合は、“Instrument is not connected”のエラーメッセージが表示されます。[Option]-[Select Com Port]から表示されるFig.6.2.1の画面で、正しいポート番号を選択して[OK]をクリックしてください。それでも通信できない場合は、8章トラブルシューティングをご参照ください。

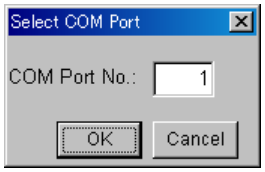


Fig. 6.2.1 ポート番号の設定

6.2.2 制御ソフト画面の、ランプON/OFFボタンの「ON」をクリックしてください。UV光源のXeランプ点灯表示灯およびモニター中のランプ点灯インジケータが点灯することを確認してください。

6.2.3 制御ソフト画面のシャッター開閉ボタンを押してください。シャッターの開閉音がすることを確認してください。

警告

シャッターを開ける場合には、必ずXeランプを消灯させるか、UVファイバーをUV光源に接続し、UVファイバー先端をパイロライザーへ接続してください。Xeランプが点灯した状態でシャッターを開けると、直ちにUV光が照射されます。
UVファイバーを接続しないで状態でシャッターを開ける場合には、必ずXeランプを消灯させてください。
大変危険ですので、UV光源またはUVファイバー先端から照射されるUV光を絶対に直視しないでください。

6.3 揮発性劣化生成物測定に関する性能検査

ポリスチレン（PS）の光・熱・酸化劣化生成物の測定を行ないます。以下の分析条件と手順に従い、測定を行なってください。

【分析条件】

試料

標準	：ポリスチレンシート（装置に付属）
試料量	：1片（2～3 mg）

A. UV照射時の条件

加熱炉温度	：60℃
照射時間	：30分
分離カラム	：ジメチルポリシロキサン（UA1-30M-0.5F） （長さ 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.5 μm）
雰囲気ガス	：空気
カラム流量	：1 ml/min
雰囲気ガス流量	：10 ml/min
Py-GC ITF温度	：200℃
注入口温度	：200℃
GCオーブン温度	：OFF（50℃以下まで冷ましてからOFFにしてください）
GC/MS ITF温度	：200℃以上

B. 空気パージ時の条件

雰囲気ガス	：ヘリウム
雰囲気ガス流量	：50 ml/min以上
パージ時間	：15分程度

その他の条件はUV照射時と同じ

警告

置換に必要な時間は、MSの機種により異なります。GC/MS分析を開始する前に、空気のバックグラウンドが十分に下がっていることを確認してください。

C. GC分析

雰囲気ガス	：ヘリウム
スプリット比	：1/50
GCオーブン温度	：40→240℃（20℃/min）

[MS使用時]

MSイオン源温度	：200℃以上
MSスキャン範囲	：29-200（m/z）
スキャン速度	：2 スキャン/sec以上

その他の条件はUV照射時と同じ

① 分析条件の設定
熱分解装置およびGC/MSの各設定を上記の[A. UV照射の条件]に設定してください。上記以外の条件は初期値のままで結構です。

② 試料の準備
UV-Py用試料カップ（横穴エコカップUV）の底部に付属の標準試料（PSシート）を1片採取してください。シートが概ね水平になるようにピンセットなどで位置を調節してください。

③ 試料の設置
UVファイバー先端に試料カップを接続し、加熱炉上部に接続してください。 この時UVサンプラーは伸ばした状態で接続しますので、試料はまだ加熱炉内には入っていません。

④ 冷却捕集の準備
注入口の圧力が安定するのを確認してから、分離カラムの注入口側の一部を液体窒素の中に浸漬してください。

⑤ 雰囲気ガスの切換え
He/Air切換 迅速圧力安定装置のAir/He切換バルブで、Airを選択し、Air開閉バルブを開きます。

⑥ UV照射の開始
制御ソフトで照射時間を30分に設定し、UV照射を開始してください。

⑦ UV照射後の空気のパージ（カラムは液体窒素に浸漬した状態）
He/Air切換 迅速圧力安定装置のAir/He切換バルブで、Heを選択し、Air開閉バルブを閉じます。流量条件を上記の[B. 空気パージの条件]に設定し、約15分間系内の空気をパージしてください。

⑧ GC分析
上記の[C. GC分析]の条件によりGC分析を行います。分離カラムを液体窒素から取り出し、GC分析を開始してください。

⑨ 測定結果の確認
測定例をFig. 6.3.1に示しますので、これと同等のクロマトグラムが得られていることを確認してください。 PSの主要な光・熱・酸化劣化生成物であるベンズアルデヒド（BA）およびアセトフェノン（AP）が観測されます。 それぞれのマススペクトルを示しますので、これらの化合物が検出されていることを確認してください。

以上で性能確認は終了です。性能確認に異常が認められた場合には、8章トラブルシューティングをご参照ください。

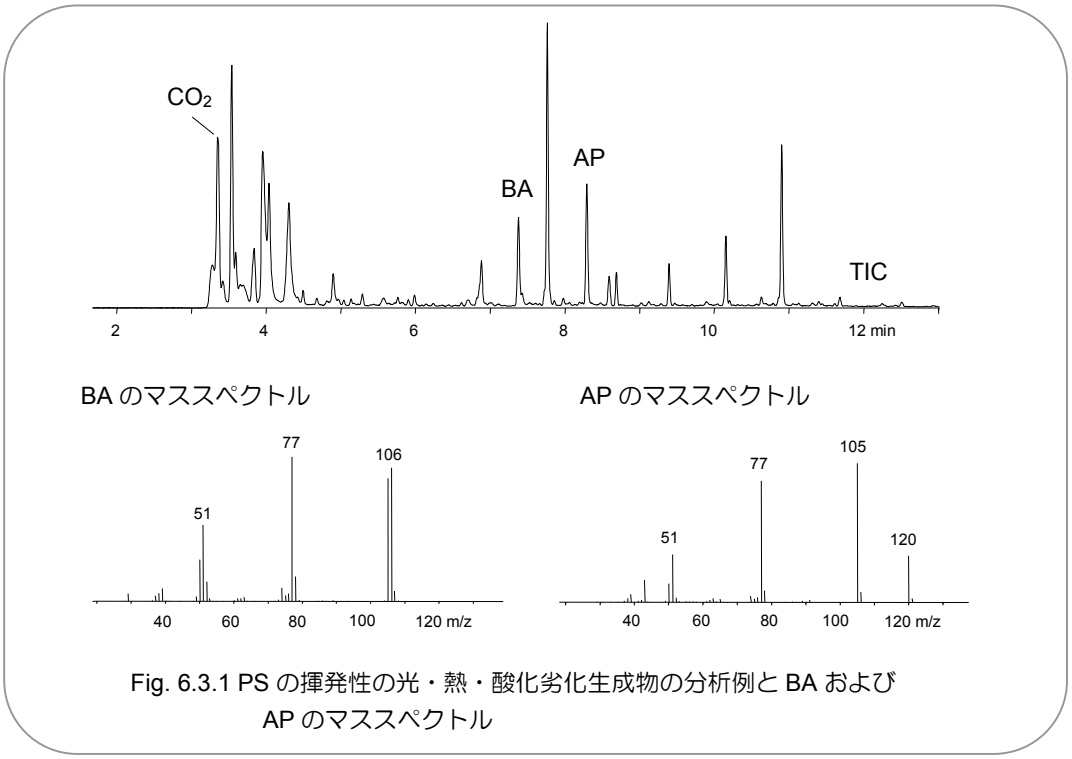


Fig. 6.3.1 PS の揮発性の光・熱・酸化劣化生成物の分析例と BA および AP のマススペクトル

第7章 メインテナンス

7.1 加熱炉部のメインテナンス

7.1.1 石英熱分解管、インターフェースユニオンならびにグラファイトベスペルフェラルの交換ならびにクリーニングなどについては、パイロライザーの取扱説明書に記載されている方法に準じます。

7.2 UVファイバーのメインテナンス

7.2.1 ファイバー保護管の洗浄

ファイバー保護管の先端部は試料により汚染されます。この部分は溶媒で丁寧に拭き取るようにクリーニングをします。

7.2.2 コネクター側のファイバー面のクリーニング

通常の使用ではクリーニングの必要はありませんが、汚染が懸念される場合には、溶媒で拭き取ってください。

注意

光ファイバー先端をバーナー等で加熱すると、照射部が破損することがあります。急激な高温での加熱は絶対にしないでください。

7.3 キセノンランプの交換

7.3.1　ランプを消灯し、15分以上冷却ファンを回します。

7.3.2　装置内部の温度が十分下がってから、電源スイッチをOFFにします。

7.3.3　ランプ交換扉固定ねじをゆるめ、ランプ交換扉を手前に開きます（Fig. 7.3.1）。

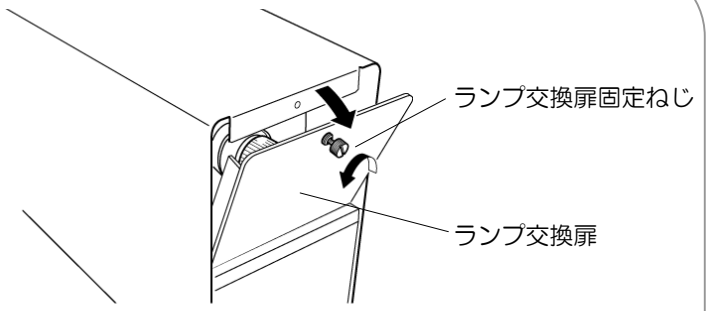


Fig. 7.3.1 Xeランプの交換 1

7.3.4　ランプ固定キャップを外します（Fig.7.3.2）。

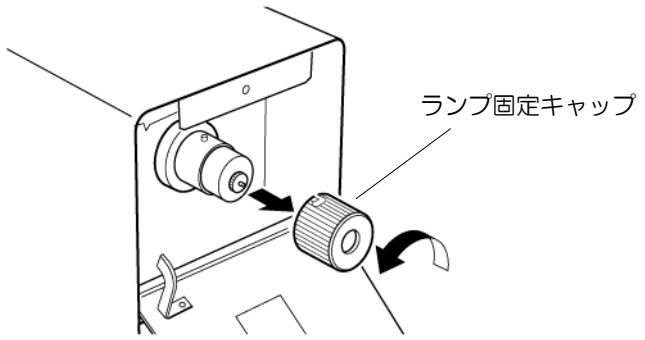


Fig. 7.3.2 ランプの交換 2

7.3.5　Xeランプを引き抜きます。

7.3.6　新しいランプをランプ梱包箱から取り出します。

7.3.7　ランプフランジを持ち、静かにまっすぐにランプホルダーの穴に挿し込みます。この時、スリットが真上にくるように調節し、ランプフランジを持ったままランプを押し込みます（Fig. 7.3.3）。

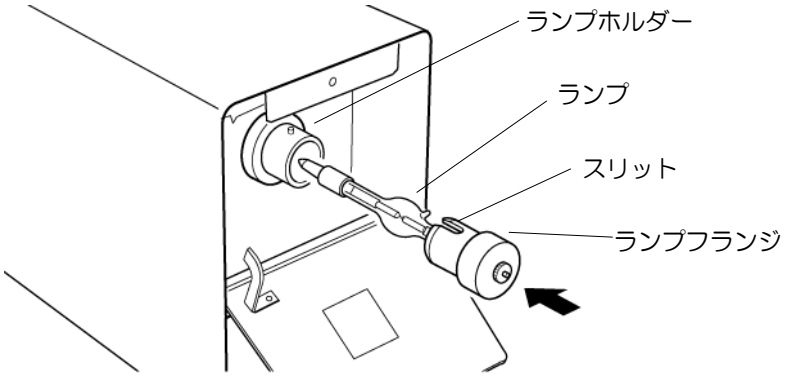


Fig. 7.3.3 ランプの交換 3

7.3.8　ランプが奥まで収まったら、ランプ固定キャップを押しながら回してランプをしっかりと固定します（Fig. 7.3.4）。この時、ランプ固定キャップの溝部とランプホルダー部のピンの位置を合わせ、押し込みながら右（時計回り）に回します。ランプ固定キャップは、カチッと音がして確実にロックされるまで回してください。

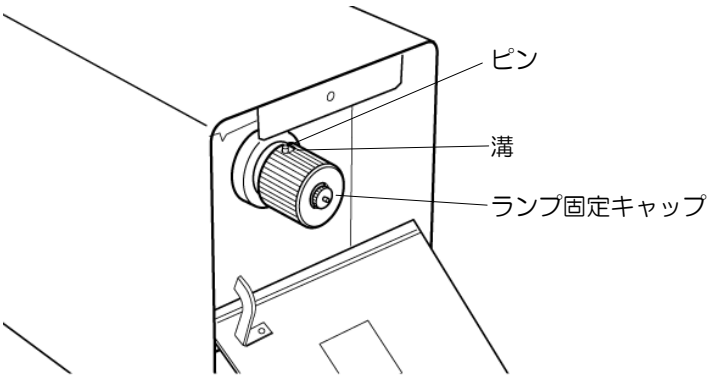


Fig. 7.3.4 ランプの交換 4

7.3.9 ランプ交換扉を閉じ、ランプ交換扉固定ねじを締めます。

警告

ランプの取り扱いには十分注意してください。ランプ内部には、高圧のガス [常温にて1 MPa（10気圧）] が封入されています。落下などの強い衝撃を与えると、破裂する危険性があります。

注意

ランプガラス部およびランプ先端部には、素手で触らないでください。万一汚れや油が付着した場合は、アルコールを付けたガーゼ（柔らかい布）で拭き取ってください。

ランプの取り付けは、確実に行ってください。取り付けが不完全だと、放射出力強度が不安定になったり、点灯しなかったりする場合があります。

キセノンランプには、高圧のキセノンガス（0.1 MPa～1 MPa 程度）と水銀が封入されています。本製品を廃棄する場合は、廃棄物処理法に則り、自ら適性に処理していただくか、もしくはランプの内圧が高いため割らずにそのまま、許認可を受けた適正な産業廃棄物処理業者へ委託して処理してください。日本国外で使用し、その国で廃棄する場合は、それぞれの国、州の廃棄物処理に関する法令に従って、適正に処理して下さい。

7.4 ランプ点灯累積時間のリセット

（制御ソフトウェアを用いる自動操作）

ランプ点灯累積時間が3000時間になると、UV光源のモニターと制御ソフトウェア上に“LAMP CHANGE”が表示され、ランプ交換時期をお知らせします。なるべく早く新しいランプと交換してください。なお、ランプ点灯累積時間が5000時間に達した場合、安全のためランプは強制的に消灯されます。新しいランプを使用してください。ランプを交換しても、ランプ点灯累積時間がリセットされない限り、ランプは点灯しませんので、ランプの交換後は、以下の手順に従いランプ点灯累積時間をリセットしてください。

1. UV光源の電源をONにしてください。

2. 制御ソフトウェアを起動してください。

3. [Option]-[Reset Accum. Op. Time] を選択してください。Fig.7.4.1aのウィンドウが表示されます。

4. “はい”をクリックしてください。Fig.7.4.1bのウィンドウが表示されます。

5. “はい”をクリックしてください。累積時間がリセットされます。

6. [Option]-[Show Accum. Op. Time] を選択してください。Fig.7.4.2のウィンドウが表示されます。累積時間が0 hrになっていることを確認してください。

a

b

Fig. 7.4.1 ランプ点灯累積時間のリセット

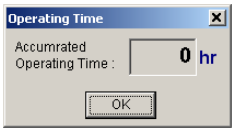


Fig. 7.4.2 累積時間の確認

（制御ソフトウェアを用いない手動操作）

ランプ点灯累積時間が3000時間になると、UV光源のモニターに“LAMP CHANGE”が表示され、ランプ交換時期をお知らせします。なるべく早く新しいランプと交換してください。なお、ランプ点灯累積時間が5000時間に達した場合、安全のためランプは強制的に消灯されます。新しいランプを使用してください。ランプを交換しても、ランプ点灯累積時間がリセットされない限り、ランプは点灯しませんので、ランプの交換後は、以下の手順に従いランプ点灯累積時間をリセットしてください。

1. UV光源の電源をONにしてください。

2. 「表示切換ボタン」の「SHIFT」を押しながら「光量 / 照射時間設定ボタン」の「UP」「DOWN」を同時に押してください。ランプ積算時間のリセット表示に切り替わり、「OPERATING TIME」表示が点滅します。

3. この状態で「UP」「DOWN」を同時に押すと、ランプ積算時間が「0」にリセットされます。リセットを行わず、1分以上経過すると、リセット表示が終了します。

第8章 トラブルシューティング

8.1 エラー表示

UV光源が異常を起こした場合、それぞれの異常に対応したエラーメッセージが制御ソフト上に表示されます（Fig. 9.1.1）。各エラーメッセージが表示されたら、次ページの表を参照して、対処してください。

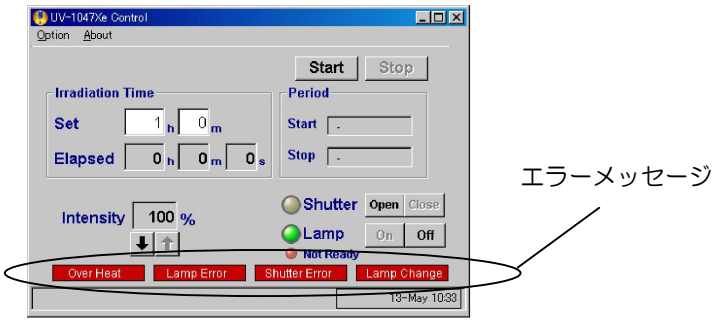


Fig. 9.1.1 エラーメッセージの表示

エラーメッセージ	内容	対策
SHUTTER ERR.	シャッターを開く（または閉じる）操作を行ってもシャッターが開かない（または閉じない）場合に表示されます。シャッターユニットに不良があります。	弊社代理店までご連絡ください。
LAMP ERR.	ランプ点灯操作を行っても点灯しない場合に表示されます。	ランプが正しく取り付けられているか確認してください。点灯しない場合は、新しいランプと交換してください。
OVER HEAT	装置内部の温度が異常に高くなると表示されます。オーバーヒートの状態が2分以上続くと、ランプは強制的に消灯されます。	以下の項目をご確認ください。 • 冷却ファンが止まっていないか。 • 吸気吸入口が塞がれていないか。 • 周辺温度が高くないか。 装置内の温度が下がればエラーは解除されます。
LAMP CHANGE	ランプ点灯累積時間が3000時間に達すると表示されます。	表示されてからしばらくの間は使用できますが、なるべく早く新しいランプと交換してください。ランプ交換後は、必ずランプ点灯累積時間をリセットしてください（7.4）。ランプ点灯累積時間が5000時間に達すると、安全のためランプは強制的に消灯されます。

8.2 その他のトラブル

その他の故障とその原因および対策を示します。なお、加熱炉部本体関連については、現在ご使用中の熱分解装置の取扱説明書を参照してください。また、これ以外の故障と考えられる現象が生じた場合は、弊社サービス担当者までご連絡ください。

現象	原因	対策
ピークがほとんど観測されない	劣化生成物が生成していない。	UV照射時間や試料温度およびスプリット比や試料量などの測定条件を変えて、分離カラムに導入される劣化生成物量を増やしてください。
	生成した劣化生成物が揮発せずに、試料カップ中の試料に吸収されている。	UV照射後に、雰囲気ガスをヘリウムに切換え、吸収されていると考えられる劣化生成物を熱脱着して分離カラムへと導入した後に、GC分析を行ってください。
	試料に紫外光が照射されていない。	ランプが点灯していないまたは、ファイバーが折れている。上記トラブルシューティングをご参照ください。
		ファイバーの先端が汚れている。汚れの種類によっては、可視光は透過させ、紫外光のみを吸収してしまう場合もありますので、ファイバー先端は定期的に有機溶媒などでクリーニングしてください。
ピークは観測されるが、測定試料の劣化生成物ではないものが観測される。	システムが汚れているために、ゴーストピークが多数観測されている。	熱分解管とニードルおよびGC注入口をクリーニングしてください。
		雰囲気ガスの配管が汚れている場合には、それらが分離カラム内で濃縮されるために、ゴーストピークとして観測される場合があります。清浄な配管に交換するか、加熱して汚染物質を除去してください。
	雰囲気ガスの純度が低い。	雰囲気ガスに用いる空気に、コンプレッサーによる圧縮空気を用いた場合には、オイル類がゴーストピークとして観測されることがあります。雰囲気ガス用の空気には、ボンベの圧縮空気を使用してください。
	測定試料中に低分子量の化合物が多量に含まれている。	測定試料中に含まれている低分子量の化合物（残留溶媒や合成時の不純物または添加剤など）は、劣化生成物と共に分離カラムへ導入されるため、劣化生成物の測定の妨害となる場合があります。詳細は4.2をご参照ください。
UVを照射した場合と照射しない場合で、測定データに差異が認められない	UV照射中の試料温度が高すぎる。	試料温度が高すぎると、UVの照射がなくても熱・酸化劣化反応が進行し、劣化生成物が観測されます。UVが関与した光・熱・酸化劣化生成物を測定するためには、熱・酸化劣化反応が急激に進行しない程度の温度で測定を行なってください。
主電源がONにならない	インターロックが働いている。	ランプ交換扉をしっかり閉めてください。
ランプが点灯しない	ランプ点灯累積時間が5000時間を越えている。	新しいランプに交換し、ランプ点灯累積時間をリセットしてください。
	ランプが正しく装着されていない。	ランプ固定ナットをしっかり締めてください。

ランプの光量が低い	ランプの寿命。	新しいランプに交換してください。
	光量の調整機能により減光されている。	UV光源のモニターまたは制御ソフト上でINTENSITYの値が、正しく設定されていることを確認してください。
	UVファイバーの末端またはファイバー保護管の先端が汚れている。	アルコールを浸した柔らかいガーゼなどで、汚れを拭き取ってください。
	UVファイバーが折れている・	新しいファイバーと交換してください。折れた原因が不明な場合には、弊社又は弊社代理店にご連絡ください。
シャッターが開かない	ソレノイドの故障。	シャッターユニットを交換してください。詳細は弊社代理店にお問い合わせください。
制御用ソフトウェア起動時に通信エラーが出る。	ケーブル類が正しく接続されていない。	UV光源の電源が入っていることと、RS232Cケーブルが正しく接続されていることを確認してください。
	COMポートの設定が正しくない。	正しいポート番号を選択してください。ポート番号の設定は、[Option] – [Select Com Port]を選択して表示される画面で行います。
	他のソフトウェアが、ポートを専有している。	全てのソフトウェアを終了し、PCを再起動してください。その後、他のソフトウェアを起動させずに、UV-1047Xe用ソフトを起動してください。その後、必要な他のソフトウェアを起動してください。

第9章 消耗部品一覧

消耗部品価格は、弊社代理店にご確認ください。

	部品名称	部品番号	備考
1	キセノンアークランプ（水銀入り）	UV1-7105	1個
2	キセノンアークランプ（水銀無し）	UV1-7106	1個
3	UV ファイバーXe	UV1-7012	1本、130cm
4	液体窒素デュアー	UV1-7201	1本、350ml
5	UV セプタム（アジレント社製 GC 用）	UV1-7305 （5個入）	アジレントGC用穴あきセプタム
6	UV セプタム（島津社製 GC 用）	UV1-7306 （5個入）	島津GC用穴あきセプタム
7	Ultra ALLOY キャピラリーカラム	UA1-30M-0.5F	1本
8	横穴エコカップ UV	PY1-EC80UV	80μl、横穴、ステンレス製、不活性化処理済、20個入り
9	オーリング（フッ素ゴム製、S4）	UV1-7701	UVファイバーとUVサンプラーのシール用 10個

オプション部品

	部品名称	部品番号	備考
1	ITF ユニオン UV	UV1-3535	1個
2	インターフェースニードル UV-A	UV1-3541	アジレントGC用、3本入、105mm、0.5 mmΦ
3	インターフェースニードル UV-S	UV1-3542	島津GC用、3本入、127mm、0.5 mmΦ
4	アジレント社製 GC 用 注入口ライナー	UV1-7021	アジレントGC用 （内径 2 mm）
5	島津社製 GC 用 注入口ライナー	UV1-7202	島津GC用 （内径 2.6 mm）

補足１　検出感度向上のための新しいカラム接続法

アジレント社製 ＧＣ

A. 新しいカラム接続法の効果

ポリマーの光・熱・酸化劣化生成物の測定においては、数ppm程度の微量生成物を測定する必要があるため、高感度化が求められます。 UV/Py-GC/MS測定においては、長時間にわたり揮発性の劣化生成物を分離カラム内に冷却捕集するため、試料カップからカラム先端間流路の僅かな汚染物質に由来するゴーストピークが、検出感度を低下させる原因となる場合があります。 このような場合には、分離カラム先端をパイロライザー中の試料カップ直下まで挿入するカラム接続法が有効です。 従来のカラム接続法と新しいカラム接続法を用いた場合の、加熱炉およびGC注入口の断面図をFig.A1に示します。 また、各接続法により、ポリスチレンの劣化生成物を測定した例をFig.A2に示します。 微量の劣化生成物の測定においては、低スプリット比で長時間に渡り冷却捕集を行うため、従来のカラム接続法を用いた場合には、GC注入口などの流路系の僅かな汚れが、ゴーストピークとしてクロマトグラム上に観測され、結果として検出感度の低下となります。これに対し、新接続法では、GC注入口付近の汚れの影響を最小限に抑えることができるために、検出感度が向上します。この新しい接続法を行うためには、注入口の改造が伴いますので、改造の実施はお客様のご判断が必要です。

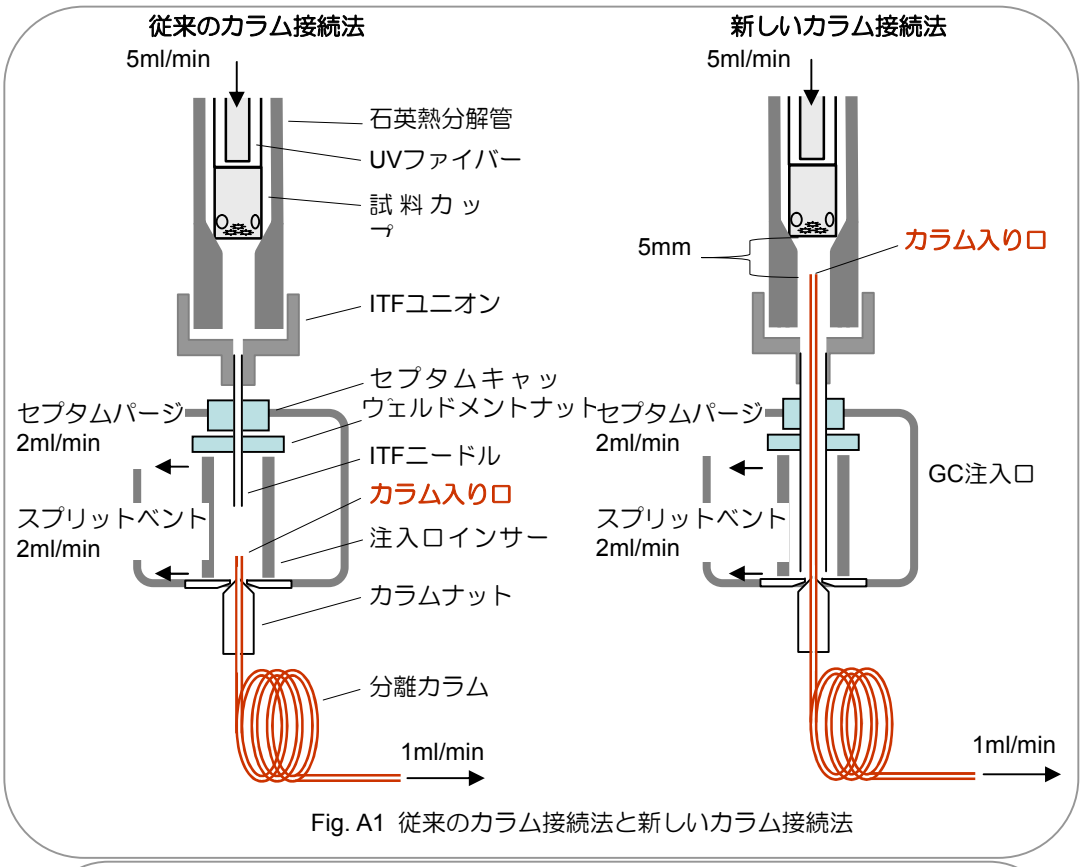


Fig. A1 従来のカラム接続法と新しいカラム接続法

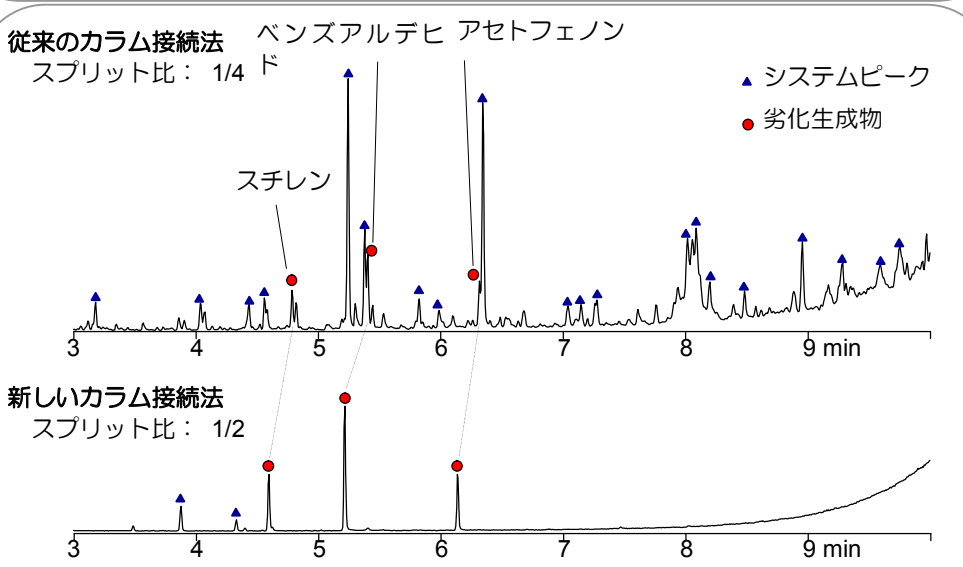


Fig. A2 各カラム接続法によるポリスチレンの揮発性劣化生成物の分析

試料量（形状）：6μg（薄膜）、 UV照射温度：100℃、照射時間：1時間、検出器：MS
カラム流量：2ml/min、Py-GCインターフェース：150℃、GC注入口：150℃
分離カラム：UA１-30M-0.5F、GCオーブン：40 → 280℃（20℃/min）

B. GC 注入口の改造

ニードルガイドおよびウェルドメントアッセンブリー（Fig. B1）の穴を1.6 mmに広げます。

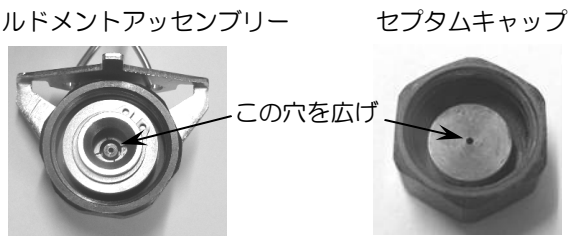


Fig. B1 ウェルドメントアッセンブリーとセプタムキャップの穴を広げる

B1　ウェルドメントアッセンブリーをセプタムキャップと一緒に注入口から取り外し（Fig. B2-1）、GC-注入口のライナーを取り出します（Fig. B2-2）。

B2　注入口下部の断熱カップを取り外し（Fig. B2-3）、レデューシングナットを外します（Fig. B2-4）。Fig. B2-5は、レデューシングナットを取り外した状態を示します。

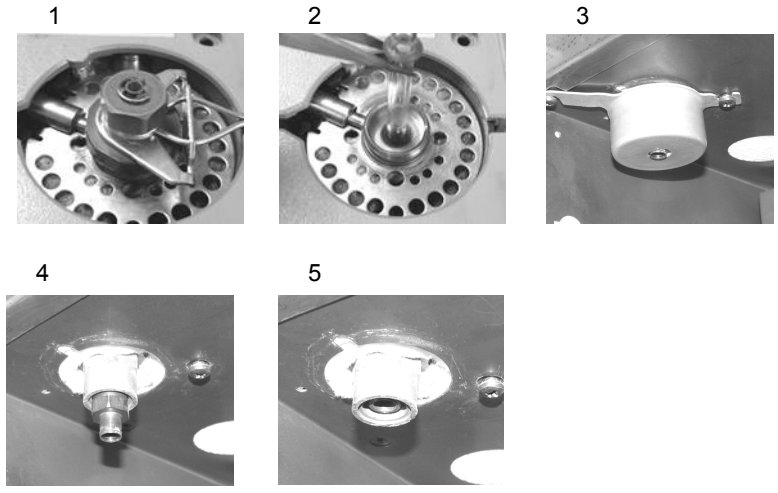


Fig. B2 ウェルドメントアッセンブリーとレデューシングナットの取り外し

B3　ウェルドメントアッセンブリーを注入口に取り付けます（Fig. B3-1）。

B4　セプタムを取り付け（使い古したもので結構です。Fig. B3-2）、セプタムキャップを取り付けます（Fig. B3-3）これはドリルを使って穴を広げる際に、セプタムキャップが回転するのを防ぐためです。

B4　1.6 mmのドリル刃をとりつけた電動ドリルで、ニードルガイドとセプタムを貫通し、さらにウェルドメントアッセンブリーの穴も同時に開けます（Fig. B3-4）。広げた穴には僅かなバリが残ることがありますので、リーマー等でバリを取り除いてください。バリがあるとニードルの挿入時や抜く時に引っ掛かりが生じます。

B4　注入口内に切削くずが残らないように綿棒などでクリーニングします。

B4　ゴールドシールとワッシャーとレデューシングナットおよび断熱カップを取り付けます。

B4　付属のGC注入口ライナーを取り付けます（注入口ライナーは絞りの無い直管型を使用します。）

B4　ウェルドメントアッセンブリーをGC注入口に取り付け、更に付属の下穴付セプタムおよびセプタムキャップを取り付けます。

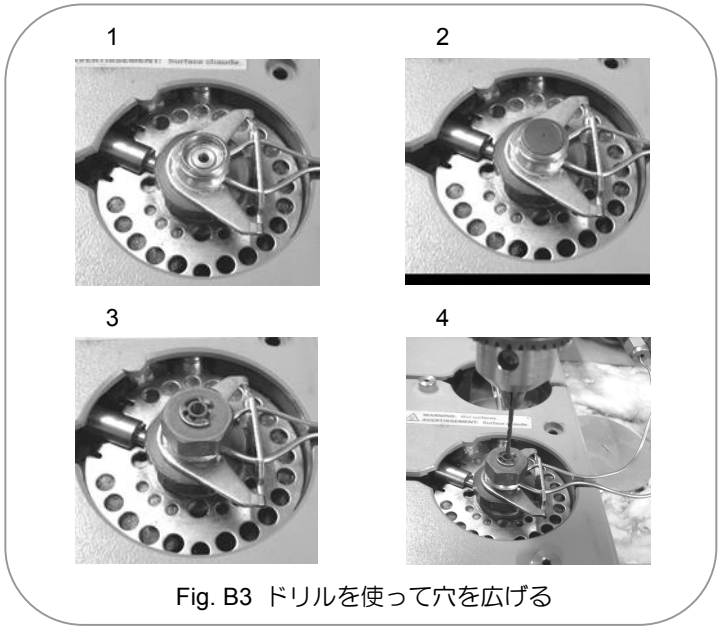


Fig. B3 ドリルを使って穴を広げる

C. パイロライザーの準備

注入口の改造をしていない場合ならびに分離カラムを通常使用と同じように取り付ける場合は、この準備は不要です。パイロライザーは標準状態でご使用ください。

C1　インターフェースユニオンとインターフェースニードルの交換

本装置を使用するためには、インターフェースユニオンとニードルを付属の専用のものに変更します（Fig. C1）。 パイロライザーの操作マニュアルも併せてご参照ください。

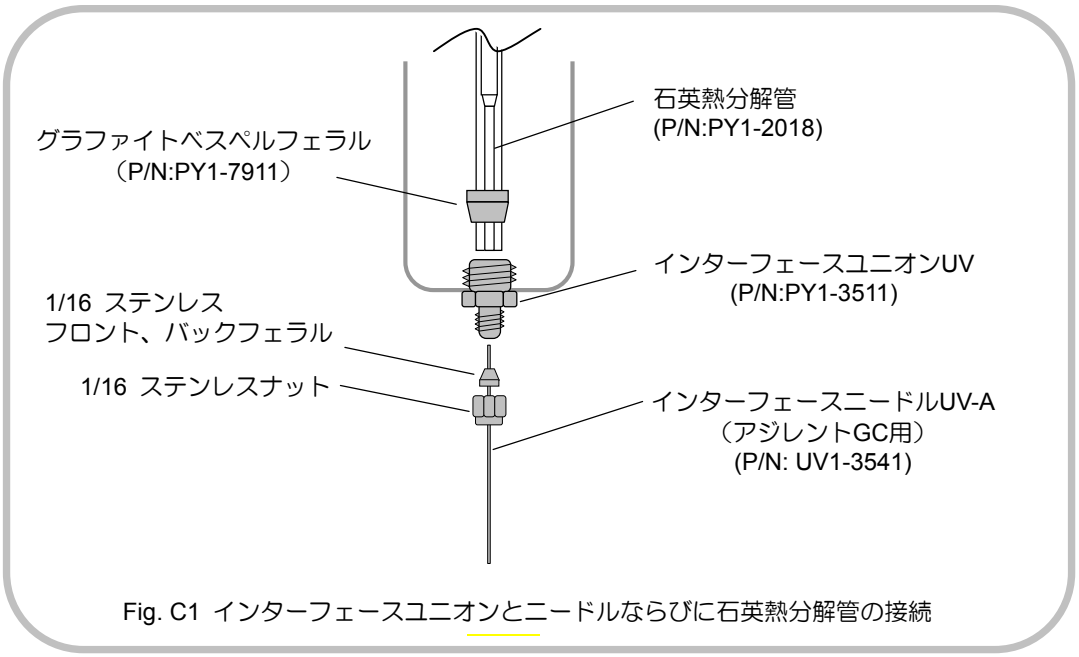


Fig. C1 インターフェースユニオンとニードルならびに石英熱分解管の接続

C2　蓄熱アダプターを取り付けます。

C3　インターフェースカバーを取り付けます。

D. パイロライザーの GC 注入口への取り付け

D1　付属のUVセプタム（アジレント用）を用意します。通常のセプタムにマイクロパンチャー（1.25 mm, HMP-1.25D、弊社製）で中心部に穴をあけてもご使用いただけます。軽く押し当てて回しながら押し込み穴をあけてください（インターフェースニードルを挿入する時にニードルがセプタムで閉塞されるのを防ぎます）。（Fig. D1）。

Fig. D1 セプタムに下穴を空ける

D2　パイロライザーに取り付けたインターフェースニードルにセプタムキャップ、更にセプタムの順に挿入します（Fig. D2）。

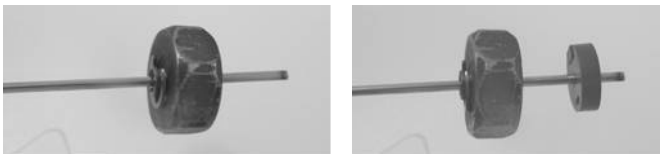


Fig. D2 インターフェースニードルにセプタムキャップとセプタムを挿入する

D3　そのまま注入口に挿入します。まず、セプタムを注入口に取り付け（Fig. D3）、セプタムキャップを注入口に取り付けます(Fig. D4)。

Fig. D3 セプタムを注入口に取り付ける

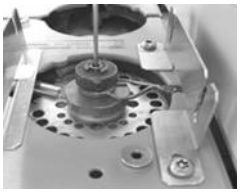


Fig. D4 セプタムキャップを取り付ける

D4　パイロライザーをゆっくり止まるまで押し下げ、固定ネジでスタンドに固定します。

E. 分離カラムの取り付け

分離カラムをパイロライザーに設置された試料カップ直下まで挿入するための手順を示します。（3.1章で注入口に改造を施している場合のみ可能です。）

E1　分離カラムを注入口下部から挿入し、インターフェースニードルと加熱炉を通過させ、加熱炉の上部まで通します。その後先端10 mmをカットし、挿入時にカラム先端部に付着する異物による分析への影響を防止します（Fig. E1）。

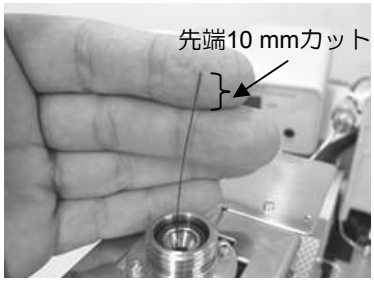


Fig. E1 カラムを取り付ける

E2　カラム先端が試料サンプラー取り付け部の位置から約80 mm程度引き下げ、加熱炉内の試料カップ設置位置より下まで引き下げます。

E3　加熱炉にパイロライザーに付属する六角ドライバーなど先端が清浄なものを挿入（Fig. E2）し、カラム先端の位置を調整します。まずはカラムを押し上げ、六角ドライバーが持ち上がるカラムの位置を確認し、その位置から約5 mm引き下げ、カラムナットを締め付け、カラムを固定します。

Fig. E2 六角ドライバーを挿入する

警告

六角ドライバーは溶媒などで清浄にしてから加熱炉に挿入してください。油分などの汚れは、ゴーストピークの原因となります。

補足2 検出感度向上のための新しいカラム接続法

島津製作所社製 GC

A. 新しいカラム接続法の効果

ポリマーの光・熱・酸化劣化生成物の測定においては、数ppm程度の微量生成物を測定する必要があるため、高感度化が求められます。 UV/Py-GC/MS測定においては、長時間にわたり揮発性の劣化生成物を分離カラム内に冷却捕集するため、試料カップからカラム先端間流路の僅かな汚染物質に由来するゴーストピークが、検出感度を低下させる原因となる場合があります。 このような場合には、分離カラム先端をパイロライザー中の試料カップ直下まで挿入するカラム接続法が有効です。 従来のカラム接続法と新しいカラム接続法を用いた場合の、加熱炉およびGC注入口の断面図をFig. A1に示します。 また、各接続法により、ポリスチレンの劣化生成物を測定した例をFig. A2に示します。 微量の劣化生成物の測定においては、低スプリット比で長時間に渡り冷却捕集を行うため、従来のカラム接続法を用いた場合には、GC注入口などの流路系の僅かな汚れが、ゴーストピークとしてクロマトグラム上に観測され、結果として検出感度の低下となります。これに対し、新接続法では、GC注入口付近の汚れの影響を最小限に抑えることができるために、検出感度が向上します。この新しい接続法を行うためには、注入口の改造が伴いますので、改造の実施はお客様のご判断が必要です。

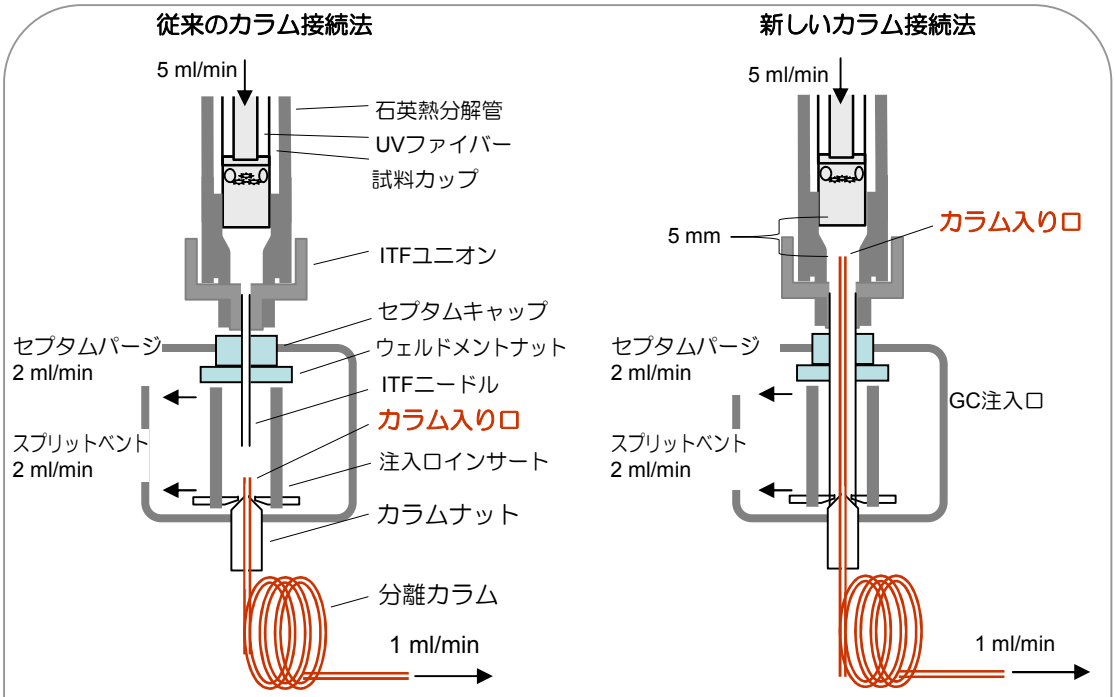


Fig. A1 従来のカラム接続法と新しいカラム接続法

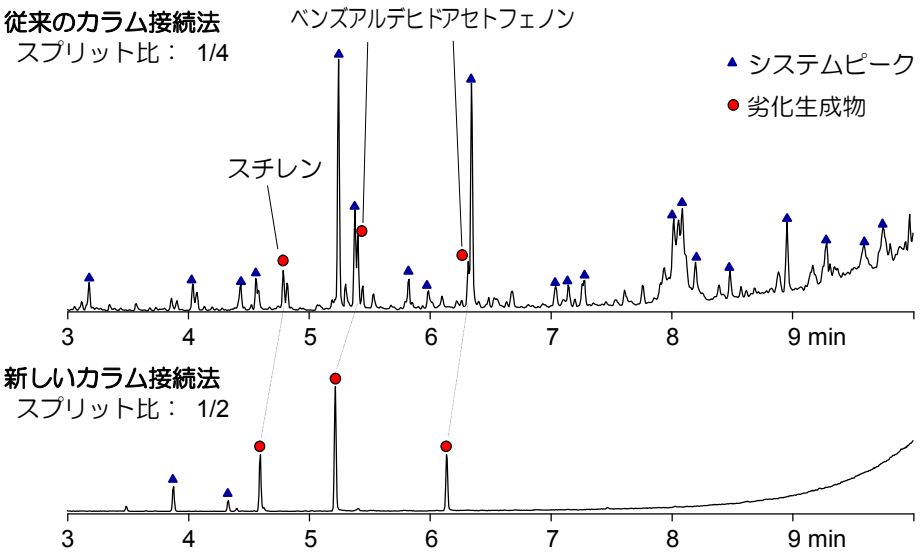


Fig. B.2 各カラム接続法によるポリスチレンの揮発性劣化生成物の分析

試料量（形状）：6 μg（薄膜）、 UV照射温度：100□、UV照射時間：1時間、検出器：MS
カラム流量：2 ml/min、Py-GCインターフェース：150ºC、GC注入口：150ºC
分離カラム：UA１-30M-0.5F、GCオーブン：40 → 280ºC（20ºC/min）

B. GC 注入口の改造

ニードルガイドおよびウェルドメントアッセンブリー（Fig. B1）の穴を1.6 mmに広げます。

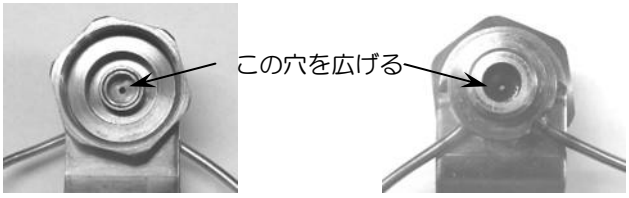


Fig. B1 インサート固定ナットの穴を広げる

B1　セプタムキャップ、ニードルガイドおよびセプタムを取り外します（Fig. B2）。

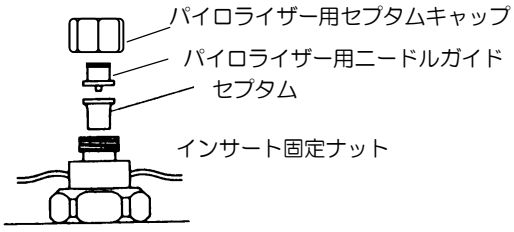


Fig. B2 島津社 GC 注入口部の断面

B2　インサート固定ナットを取り外し、インサートを取り出します（Fig. B3-1, Fig. B3-2）。

B3　注入口下部の断熱カップを取り外し(Fig. B3-3)、レデューシングナットを外します（Fig. B3-4)。Fig. B3-5は、レデューシングナットを取り外した状態を示します。

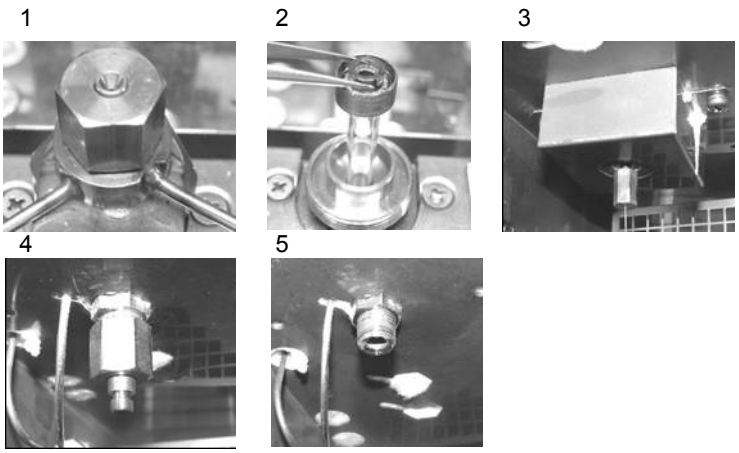


Fig. B3 インサート固定ナットとキャピラリーアダプタを取り外す

B4　インサート固定ナットを注入口に取り付けます（Fig. B4-1)。

B5　1.6 mmのドリル刃をとりつけた電動ドリルで、インサート固定ナットの穴を広げます（Fig. B4-2)。広げた穴には僅かなバリが残ることがあります。リーマー等でこのバリを取り除いてください。バリがあると、ニードル挿入時又は抜き出すときに引っ掛かりが生じます。

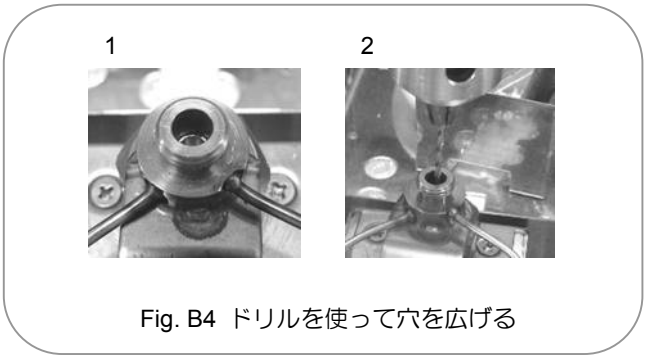


Fig. B4 ドリルを使って穴を広げる

B6　注入口内に切削くずが残らないように綿棒などでクリーニングします。

B7　キャピラリーアダプタを取り付けます。

B8　GC-注入口のライナーを本装置に付属のものに交換します。（注入口ライナーは絞りの無い直管型を使用します。）

B9　ライナー固定ナットをGC注入口に取り付け、更にセプタムとパイロライザー用セプタムキャップを取り付けます（ニードルガイドは取り外したままにします）。

C. パイロライザーの準備

注入口の改造をしていない場合ならびに分離カラムを通常使用と同じように取り付ける場合は、この準備は不要です。パイロライザーは標準状態でご使用ください。

C1　インターフェースユニオンとインターフェースニードルの交換

本装置を使用するためには、インターフェースユニオンとニードルを付属の専用のものに変更します（Fig. C1）。パイロライザーの操作マニュアルも併せてご参照ください。

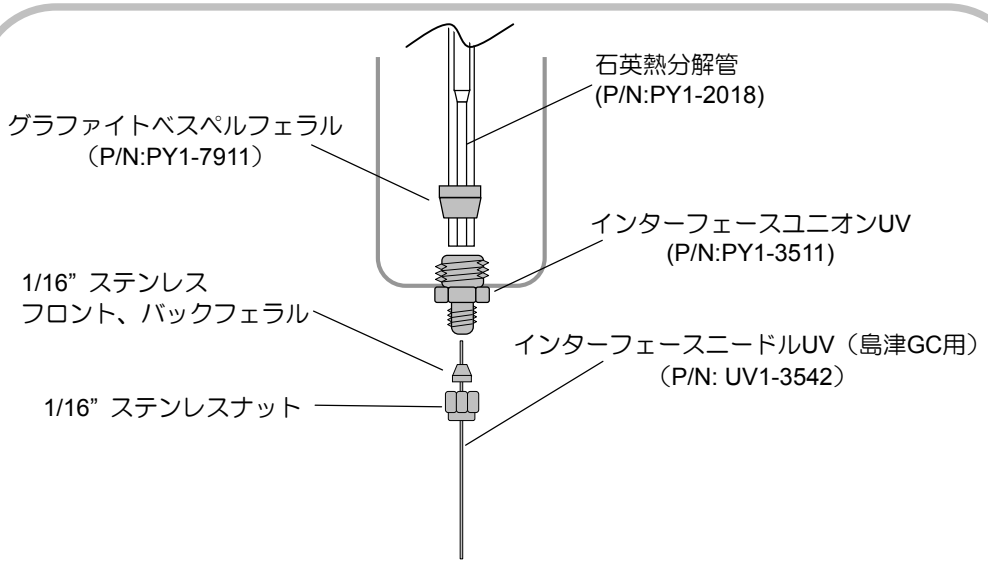


Fig. C1 インターフェースユニオンとニードルならびに石英熱分解管の接続

C2　蓄熱アダプターを取り付けます。

C3　インターフェースカバーを取り付けます。

C4　インターフェースニードルにセプタムキャップ（およびニードルガイド）を通し、下穴付セプタムをニードルに通します。このとき、セプタムがニードル穴を塞いでいないか、目視で確認します。

C5　そのまま注入口に取り付け、セプタムキャップを適度に締め付けます。

C6　加熱炉を取付け架台に固定します。

D. パイロライザーの GC 注入口への取り付け

D-1.　付属のUVセプタム（島津用）を用意します。通常のセプタムにマイクロパンチャー（1.25 mm, HMP-1.25D、弊社製）で中心部に穴をあけてもご使用いただけます。軽く押し当てて回しながら押し込み穴をあけてください（インターフェースニードルを挿入する時にニードルがセプタムで閉塞されるのを防ぎます）。（Fig. D1）。

Fig. D1 セプタムに下穴を空ける

D-2.　パイロライザーに取り付けたインターフェースニードルにセプタムキャップ、更にセプタムの順に挿入します（Fig. D2）。

Fig. D2 インターフェースニードルにセプタムキャップとセプタムを挿入する

D-3.　そのまま注入口に挿入します。まず、セプタムを注入口に取り付け（Fig. D3）、セプタムキャップを注入口に取り付けます（Fig. D4）。

Fig. D3 セプタムを注入口に取り付ける

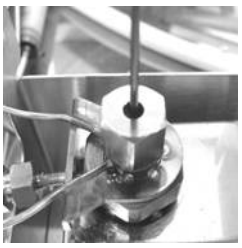


Fig. D4 セプタムキャップを取り付ける

D4　パイロライザーをゆっくり止まるまで押し下げ、固定ネジでスタンドに固定します。

E. 分離カラムの取り付け

分離カラムをパイロライザーに設置された試料カップ直下まで挿入するための手順を示します（3.1章で注入口に改造を施している場合のみ可能です）。

E1　分離カラムを注入口下部から挿入し、インターフェースニードルと加熱炉を通過させ、加熱炉の上部まで通します。その後先端10 mmをカットし、挿入時にカラム先端部に付着する異物による分析への影響を防止します（Fig. E1）。

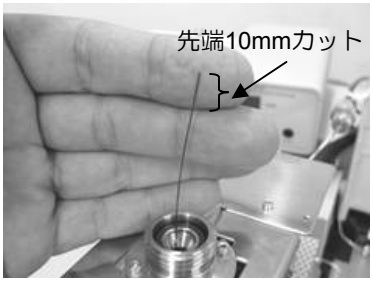


Fig. E1 カラムを取り付ける

E2　カラム先端が試料サンプラー取り付け部の位置から約80 mm程度引き下げ、加熱炉内の試料カップ設置位置より下まで引き下げます。

E3　加熱炉にパイロライザーに付属する六角ドライバーなど先端が清浄なものを挿入（Fig. E2）し、カラム先端の位置を調整します。まずはカラムを押し上げ、六角ドライバーが持ち上がるカラムの位置を確認し、その位置から約5 mm引き下げ、カラムナットを締め付け、カラムを固定します。

Fig. E2 六角ドライバーを挿入する

注意

六角ドライバーは溶媒などで清浄にしてから加熱炉に挿入してください。油分などの汚れは、ゴーストピークの原因となります。